FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE
CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

134. BAND

SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT

MIT 9 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1952

Z.anal. Chem.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"**

erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 68,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie. Arbeiten, die an anderer Stelle in deutscher Sprache veröffentlicht werden, können nicht zum Abdruck gelangen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Arbeiten sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440

Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 24 92 51

Vertriebsvertretung im Ausland:
Lange, Maxwell & Springer Ltd., 41-45 Neal Street, London W. C. 2

Band 134 **Inhaltsverzeichnis.** Heft 6

Originalabhandlungen.

Seite

Winter, E., Bestimmung von Ascorbinsäure neben Eisen. Mit 2 Textabbildungen 401

Erdey, L., A. Bodor und **H. Buzás,** Ascorbinometrische Bromatbestimmung 412

Schleicher, A., Katalyse und Induktion bei Redox-Titrationen. Mit 1 Textabbildung 419

Hansen, A., Bestimmung von Gesamtchrom in Abwässern 427

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus der Bundesforschungsanstalt für Lebensmittelfrischhaltung Karlsruhe.

Bestimmung von Ascorbinsäure neben Eisen.

Von

Erwin Winter.

Mit 2 Textabbildungen.

(Eingegangen am 19. Oktober 1951.)

Die analytische Bestimmung von Ascorbinsäure (Asc.) erfolgt meist durch Titration mit Dichlorphenolindophenol (DCI), welches Asc. quantitativ zu Dehydroascorbinsäure oxydiert und dabei zu farblosem Leuko-DCI reduziert wird. Das Bestimmungsverfahren ist für Asc. nicht spezifisch, da auch andere Stoffe, wie Sulfite, Eisen(II)-verbindungen*, Zinn(II)-verbindungen und Reduktone den Farbstoff reduzieren können. Die Störung durch Fe^{II} ist in verarbeiteten und konservierten Lebensmitteln sowie in pharmazeutischen Erzeugnissen von besonderer Bedeutung und daher schon mehrmals der Gegenstand von Untersuchungen gewesen.

Lorenz und Arnold[7] hatten festgestellt, daß Fe^{II} im Gegensatz zu Asc. nur in Anwesenheit von Metaphosphorsäure oder Oxalsäure, nicht jedoch in Anwesenheit der meisten anderen Säuren bzw. Anionen DCI genügend rasch reduziert. Titrierte man daher in Gegenwart von Essigsäure nach Gawron und Berg[4] oder von Salzsäure nach Ott[8], so war die Störung durch Fe^{II} ausgeschaltet. Das Verfahren versagte bei Oxalsäure enthaltenden Proben und hatte den Nachteil, daß Asc. während der Analyse nicht wie bei Verwendung von Metaphosphorsäure und Oxalsäure gegen die kupferkatalysierte Oxydation durch Luftsauerstoff geschützt (stabilisiert) war. Da Fe^{II} bei Anwesenheit der beiden letztgenannten Säuren DCI quantitativ reduziert, machten Koch und Diemair[6] den Vorschlag, Asc. und Fe^{II} gemeinsam zu titrieren und das nach üblichen Verfahren getrennt bestimmte Fe^{II} in Abzug zu bringen. Gegenüber diesem etwas umständlichen Verfahren gaben Robinson und Stotz[9] ein sehr einfaches Verfahren an, bei welchem die zu titrierende Lösung mit demselben Volumen 3%iger Wasserstoffperoxydlösung versetzt wird, welche Fe^{II} zu nicht mehr störendem Fe^{III} oxydiert. Da das Verfahren infolge Verlusten an Asc. zu niedrige Werte lieferte, machten Huelin und Stephens[5] Versuche zu einer Verbesserung, konnten jedoch zu keinem brauchbaren Ergebnis gelangen.

* Das als Eisen(II)- oder Eisen(III)-Verbindung anwesende Eisen wird im folgenden unabhängig davon, ob es ionisiert ist oder nicht, mit Fe^{II} und Fe^{III} bezeichnet.

Die vorliegende Arbeit verfolgte das Ziel, den erwähnten Mangel des Wasserstoffperoxyd-Verfahrens zu beseitigen.

Methodisches.

Die meisten der folgenden Versuche wurden mit Lösungen von reiner Ascorbinsäure (Merck DAB 6) ausgeführt, welche mit Metaphosphorsäure (Merck Erg. B 5) oder Oxalsäure (Merck z. A.) stabilisiert waren. Neben Eisen(II)-ammoniumsulfat (Merck z. A.) oder Eisen(III)-ammoniumsulfat (Merck z. A.) enthielten sie verschiedene Zusätze, von denen Weinsäure (Merck z. A.) und Kaliumtartrat (Merck DAB 6) die wichtigsten sind. Das Volumen betrug vor der Zugabe von Wasserstoffperoxyd (Merck z. A.) bzw. WTP (s. S. 407) 20 ml. Die Konzentrationsangaben wurden auf dieses Volumen bezogen mit Ausnahme derjenigen für Wasserstoffperoxyd und WTP (s. S. 407), welche für das Volumen vor der abschließenden Titration mit DCI (Merck z. A.) gelten. Die Konzentrationen beziehen sich auf wasserfreie Stoffe und betrugen, wenn nicht anders angegeben, für Asc. 0,10 mmol/l (1,8 mg%) für Metaphosphorsäure 2,0%, für Oxalsäure 125 mmol/l (1,1%) für Eisen als Fe^{II} oder Fe^{III} 0,50 mmol/l (2,8 mg%) und für Wasserstoffperoxyd 400 mmol/l (1,4%). Das letzte wurde meist als 5—10%ige Lösung angewandt. Die Versuchslösungen hatten p_H-Werte zwischen 1,8 und 2,2, wenn nicht anders angegeben. Die Einstellung anderer p_H-Werte geschah nach der sauren Seite durch Zusatz der Säurekomponente des anwesenden Salzes oder durch Schwefelsäure, nach der alkalischen Seite durch Natronlauge. Störungen infolge Zersetzung von DCI durch Säure machten sich erst unterhalb p_H 1,0 bemerkbar, so daß die Anwendung von Pufferlösungen zur Erhöhung des p_H-Wertes nur bei photometrischen Messungen erforderlich war. Die Versuche wurden, wenn nicht anders angegeben, im zerstreuten Tageslicht ausgeführt. Die Temperatur der Versuchslösungen betrug 18—22° C.

Als Maß für die oxydierte Menge an Asc. wurde, außer in Tab. 1, der „Oxydationswert" angegeben, welcher die Differenz des Titrationswertes für die zugesetzte Asc. und des Titrationswertes nach dem Versuch darstellt. War nach dem Versuch Fe^{II} vorhanden, so wurde dieses mittitriert und der Oxydationswert dadurch entsprechend erniedrigt, wobei sich auch negative Werte ergeben konnten. Die erwähnte Menge an Asc. entsprach einem Titrationswert von 4,00 ml DCI-Lösung.

Oxydationsgeschwindigkeit.

Es wurde zunächst untersucht, wie sich Asc. mit und ohne Zusatz von Fe^{II} oder Fe^{III} gegenüber Luftsauerstoff und Wasserstoffperoxyd verhält, wenn der katalytische Einfluß des Kupfers ausgeschaltet war. Hierzu wurden mit Metaphosphorsäure stabilisierte Lösungen, nachdem sie in offenen 50 ml-Weithalskolben verschieden lange Zeiten gestanden hatten, mit DCI titriert. Der Beginn der Reaktion entsprach der Zugabe des letzten Bestandteiles, wobei die Reihenfolge der Zugabe Asc., Fe, H_2O_2 war. Als Endzeit galt der Zeitpunkt, an dem die Hauptmenge mit DCI titriert worden war. Die Oxydationsgeschwindigkeit von Asc. war im Licht höher als im Dunkeln. Da die Belichtungsstärke bei dem

wechselnden Tageslicht nicht konstant war, sind die Versuche nur als Orientierungsversuche zu werten. Wie aus Tab. 1 hervorgeht, wurde die stabilisierte eisenfreie Asc.-Lösung an der Luft innerhalb von 24 Std kaum oxydiert (Sp. 4). Dagegen oxydierte sich eine Asc.-freie Fe^{II}-Lösung ziemlich schnell (Sp. 2). Bei gemeinsamer Anwesenheit von Asc. und Fe^{II} wurden beide Teilnehmer rasch oxydiert (Sp. 5), dagegen war

Tabelle 1. *Oxydationsgeschwindigkeit.*

Oxydans	Luftsauerstoff						Wasserstoffperoxyd					
Ascorbinsäure mmol/l	0			0,25			0			0,25		
Eisen mmol/l	—	II	III	—	II	III	—	II	III	—	II	III
	0	0,50	0,50	0	0,50	0,50	0	0,50	0,50	0	0,50	0,50
Spalte Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
0,0 min	0	100	0	100	200	100	0	100	0	100	200	100
0,5 „	0	100	0	100	200	100	0	0	0	100	50	100
2,0 „	0	100	0	100	190	100	0	0	0	100	45	90
5,0 „	0	95	0	100	170	100	0	0	0	95	40	75
120,0 „	0	50	0	100	50	90	0	0	0	70	5	40
1440,0 „	0	0	0	95	10	60	0	0	0	0	0	0

Metaphosphorsäurelösung, enthaltend Asc., gegebenenfalls Fe^{II} oder Fe^{III} und gegebenenfalls Wasserstoffperoxyd. Mit DCI titrierte Anfangsmenge Asc. und Fe^{II} je gleich 100 gesetzt und auf diese bezogen.

die beschleunigende Wirkung von Fe^{III} auf die Asc.-Oxydation nur gering (Sp. 6). Während Wasserstoffperoxyd Fe^{II} wie bekannt sehr rasch oxydiert (Sp. 8), oxydiert es Asc. viel langsamer (Sp. 10) und Fe^{III} beschleunigt die Oxydation nur wenig (Sp. 12). Außerordentlich rasch verläuft dagegen die Oxydation der Asc. bei Anwesenheit von Fe^{II} (Sp. 11). Der anfängliche Verlauf der Oxydation konnte hier nicht verfolgt werden, da ein „Oxydationsstoß" auftrat, der innerhalb weniger Sekunden etwa die Hälfte der anwesenden Asc. oxydierte, worauf die Oxydation langsamer fortschritt.

Die Abhängigkeit der bei diesem Oxydationsstoß oxydierten Menge Asc. von den Konzentrationen der einzelnen Reaktionsteilnehmer zeigt Tabelle 2. Die oxydierte Menge an Asc. war demnach der Asc.-Konzentration und bei Anwesenheit eines Asc.-Überschusses auch der Fe^{II}-Konzentration etwa proportional. Bei steigender Wasserstoffperoxydkonzentration stieg die oxydierte Menge Asc. bis zu einem Maximum bei 300—400 mmol/l Wasserstoffperoxyd an, um dann langsam abzunehmen.

Die Verluste an Asc. bei gemeinsamer Anwesenheit von Fe^{II} und Wasserstoffperoxyd waren demnach allein auf die mit der Fe^{II}-Oxydation gekoppelte (induzierte) Asc.-Oxydation zurückzuführen, die so

Tabelle 2. *Einfluß der Konzentration.*

Asc. mmol/l	Fe^{II} mmol/l	H_2O_2 mmol/l	Oxydationswert ml 0,001 n DCI-Lsg.
0,010	0,050	400	0,04
0,100	0,050	400	0,57
0,400	0,050	400	1,85
0,100	0,005	400	0,07
0,100	0,050	400	0,57
0,100	0,500	400	2,18
0,100	5,000	400	3,64
0,100	0,050	40	0,21
0,100	0,050	400	0,57
0,100	0,050	1200	0,19
0,100	0,050	2000	0,14
0,100	0,500	4	0,54
0,100	0,500	40	1,41
0,100	0,500	130	1,85
0,100	0,500	400	2,07
0,100	0,500	1000	1,62
0,100	0,500	2000	1,39

Metaphosphorsäurelösung, enthaltend Asc. und Fe^{II}. Oxydationswert 30 sec nach Zusatz von Wasserstoffperoxyd.

rasch verlief, daß eine vorherige Titration der Asc. unmöglich war. Eine Beseitigung der Verluste hatte daher nur bei Ausschalten von Fe^{II} Aussicht auf Erfolg. Ein Ausfällen von Fe^{II} aus der Probelösung, das zugleich einen Zusatz von Wasserstoffperoxyd überflüssig gemacht hätte, erschien bei dem durch die Stabilisierung bedingten niedrigen p_H-Wert und bei der Empfindlichkeit der Asc. schwer durchzuführen. Es wurde daher versucht, Fe^{II} durch komplexbildende Zusätze zu maskieren.

Komplexbildner.

Mit Metaphosphorsäure stabilisierte Asc.-Lösungen wurden zunächst mit verschiedenen Zusätzen, dann mit Fe^{II} und Wasserstoffperoxyd versetzt und durch anschließende Titration festgestellt, wieviel Asc. oxydiert worden war. Ein starker hemmender Einfluß (90—100% Erhaltung der vorhandenen Asc., Oxydationswert 0,00—0,40) trat auf bei Zusatz von 10—30% Natriumacetat, 10—50% Weinsäure, 10—50% Kaliumtartrat und 25% Glucose, ein deutlicher Einfluß (60—90% Asc.-Erhaltung, Oxydationswert 0,40—1,20) bei Zusatz von 10% Natriumsulfat, 20% Metaphosphorsäure, 20% Pyrophosphorsäure, 50% Methanol, 20—40% Glycerin, 10—20% Formaldehyd, 20% Triäthanolamin, 50% Essigsäure und 5% Oxalsäure, kein merklicher Einfluß (40—60% Asc.-Erhaltung, Oxydationswert 1,20—2,40) dagegen bei Zusatz von 10% Ammoniumchlorid, 20% Ammoniumsulfat, 0,5% Kaliumcyanid, 0,3

bis 3% Salzsäure, 5—20% Orthophosphorsäure, 10% Ameisensäure, 10% Essigsäure, 20% Milchsäure, 20% Citronensäure, 2% Salicylsäure, 5% Phenol und 5% Resorcin. Bei Zusatz von 12% Natriumchlorid trat unterhalb von p_H 4 und bei Zusatz von 25% Glucose oberhalb von p_H 5 eine erhöhte Oxydation von Asc. auf.

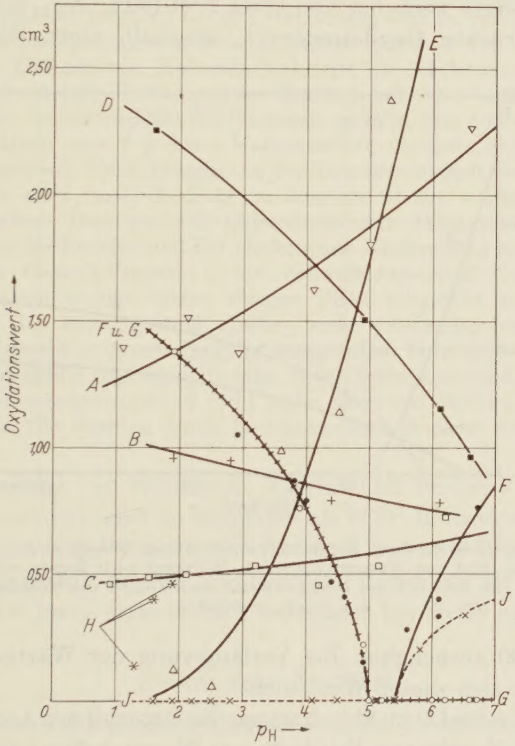

Abb. 1. *Oxydationswert und* p_H. Metaphosphorsäurelösung, enthaltend Asc., Zusatz, Fe^{II} und Wasserstoffperoxyd. Zusätze: *A* Ohne Zusatz, *B* Natriumsulfat 12%, *C* Metaphosphorsäure 20%, *D* Natriumchlorid 12%., *E* Glucose 25%, *F* Natriumacetat 15%, *G* Kaliumtartrat 25%, *H* Weinsäure 25%, *J* Weinsäure 10% mit Kaliumtartrat 10%.

Die Wirksamkeit der meisten Zusätze war vom p_H-Wert der Lösung abhängig, wie Abb. 1 zeigt. Eine vollständige Verhinderung der Oxydation war nur mit Natriumacetat zwischen p_H 5,0 und 5,4 und mit Kaliumtartrat zwischen p_H 5,0 und 7,0, nicht jedoch mit Weinsäure zu erzielen. Erst durch einen Zusatz von zunächst 10% Weinsäure und dann 10% Kaliumtartrat gelang es, die Asc. auch zwischen p_H 1,6 und 5,4 vollständig zu erhalten.

Wurden die Versuche so ausgeführt, wie es den praktischen Verhältnissen entsprach, also zunächst zu der metaphosphorsauren Asc.-

Lösung das Fe^{II} und dann erst die komplexbildenden Zusätze sowie Wasserstoffperoxyd zugefügt, so blieb allein noch Kaliumtartrat zwischen p_H 5,0 und 7,0 wirksam, während alle übrigen Zusätze versagten. Erst durch Einschalten einer Wartezeit nach Zugabe der Weinsäure konnte die gute Wirksamkeit des Weinsäure-Kaliumtartratgemisches wiederhergestellt werden. Die Kurve *A* in Abb. 2 zeigt, wie der durch Zugabe von 5% Weinsäure zunächst von etwa 2,00 (50% Asc.-Erhaltung) auf 1,32 herabgedrückte Oxydationswert innerhalb einer Wartezeit von

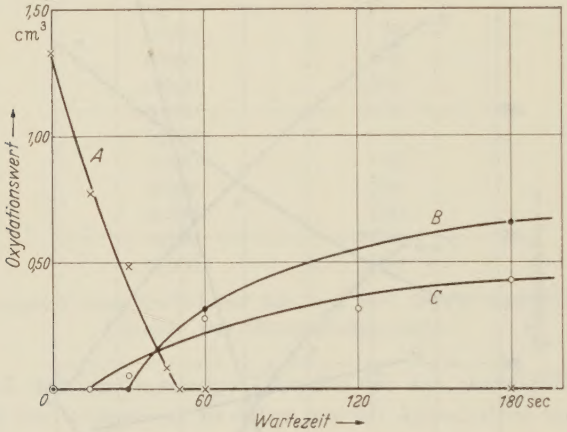

Abb. 2. *Oxydationswert und Wartezeit.* Metaphosphorsäurelösung, enthaltend Asc., Fe^{II}, Weinsäure (5%), Kaliumtartrat (2%) und Wasserstoffperoxyd. Wartezeit nach Zugabe von Weinsäure (*A*), Wasserstoffperoxyd (*B*), Fe^{II} (*C*). Bei *B* und *C* wurde nach Zugabe von Weinsäure eine Wartezeit von 2 min eingehalten.

50 sec auf 0,00 zurückging. Bei Verlängerung der Wartezeit auf über 1 Std änderte sich dieser Wert nicht.

Die Kurven *B* und *C* in Abb. 2 zeigen das Ausmaß der Asc.-Oxydation, wenn nach der Zugabe von Fe^{II} bzw. von Wasserstoffperoxyd eine Pause bis zum folgenden Arbeitsgang gemacht wurde. Um keine Oxydation von Asc. eintreten zu lassen, durfte demnach zwischen der Zugabe von Fe^{II} bzw. Wasserstoffperoxyd und dem Beginn der Titration mit DCI höchstens ein Zeitraum von 15 bzw. 30 sec liegen, eine Bedingung, die sich bei der Analyse unschwer einhalten ließ. Innerhalb dieser Zeiten war die Oxydation der Asc. nicht etwa vernachlässigbar gering, sondern gleich Null, was offenbar auf einen verzögerten Beginn der Oxydationsreaktion zurückzuführen ist.

Analysenvorschrift.

Zu 10 ml des mit 2% Metaphosphorsäure oder 1% Oxalsäure stabilisierten Auszuges fügt man 3 ml 50%ige Weinsäurelösung, läßt 2 min stehen und fügt 1 ml 50%ige Kaliumtartratlösung sowie 5 ml frisch hergestellte 6%ige Wasserstoff-

peroxydlösung zu. Sofort anschließend titriert man mit 0,001 n Dichlorphenolindophenollösung bis zum Umschlag nach Hellrot.

Nach jedem Zusatz ist kurz zu mischen. Statt 2 min kann auch länger, bis zu 30 min gewartet werden, aber nicht kürzer. Das Kaliumtartrat läßt sich durch Natriumtartrat, nicht jedoch durch Kaliumnatriumtartrat, Alkalibitartrat oder Alkalihydroxyd ersetzen. Die Konzentration an Weinsäure und Kaliumtartrat zusammen soll, bezogen auf das Volumen vor der Titration nicht unter 8% betragen, höhere Konzentrationen als oben angegeben sind dagegen zulässig. Fe^{II}-Konzentrationen über 1 mmol/l (5 mg%) im Auszug sind zu vermeiden. Nach Zugabe des Wasserstoffperoxyds muß die Titration innerhalb von 20 sec begonnen werden. Nach Zufügen von Kaliumtartrat tritt ein Niederschlag von Kaliumbitartrat auf, der keinen Einfluß auf das Ergebnis hat. Man kann auch die Weinsäure weglassen, womit zugleich die Wartezeit entfällt, und 4 ml 50%ige Kaliumtratratlösung allein oder 2 g festes Kaliumtartrat zusetzen, wobei der p_H-Wert 5,0—6,5 betragen soll. Nach Beendigung der Titration dunkelt die rote oder blaue Umschlagsfarbe nach, weshalb nicht zu langsam titriert werden darf. Bei der Titration gefärbter Lösungen mit Chloroform nach Diemair, Fresenius und Arnold[1] stören die Zusätze und der entstehende Niederschlag nicht. Bei der Bestimmung von Gesamt-Vitamin C mit Schwefelwasserstoff unter Zusatz von Schwermetallsalzen werden kleine Mengen Eisen mitgefällt und stören daher ohnedies nicht. Die Störung durch größere, nicht vollständig ausfällbare Mengen läßt sich ebenfalls durch Anwendung der angegebenen Vorschrift vor der Titration beseitigen. Sind Sulfite oder Zinn(II)-salze in der Probe anwesend, so werden diese durch das Wasserstoffperoxyd zu nicht mehr störenden Sulfaten bzw. Zinn(IV)-salzen oxydiert. Die Störung durch Reduktone und ähnliche Stoffe wird jedoch nicht beseitigt.

Die Anwendung von Weinsäure, Tartrat und Peroxyd nach der vorstehenden Vorschrift wird im folgenden als WTP-Behandlung bezeichnet. Aus der Differenz der Titrationswerte ohne und mit WTP-Behandlung ergibt sich der Gehalt an Fe^{II}, vorausgesetzt daß durch die WTP-Behandlung außer Fe^{II} keine anderen DCI reduzierenden Stoffe oxydiert worden sind.

Verschiedene Einflüsse.

1. Oxydation des Leukofarbstoffes. Das bei Anwendung von Wasserstoffperoxyd nach Beendigung der Titration mit DCI auftretende langsame Nachdunkeln der Umschlagfarbe ist auf eine Rückoxydation des Leuko-DCI zurückzuführen. Dessen Oxydierbarkeit wurde daher näher untersucht. Leuko-DCI-Lösungen wurden durch Reduktion von DCI-Lösungen mit Asc., Thioharnstoff oder schwefliger Säure hergestellt und die bei der Oxydation entstandene Menge an DCI durch Titration mit stabilisierter 0,001 n Asc.-Lösung oder durch photometrische Messung bestimmt. Die Versuche wurden ähnlich ausgeführt, wie oben mit Asc., und es ergab sich für Leuko-DCI ein ähnliches Verhalten bei der Oxydation wie für Asc. nach Tab. 1. Es wurde, wie auch aus Tab. 3 hervorgeht, langsamer oxydiert und ließ sich durch die erwähnten Komplexbildner leichter schützen als Asc. Eine Störung der Titration war daher nicht zu befürchten, wenn diese, wie üblich, innerhalb 1 min beendigt wurde.

2. Einfluß von Kupfer. Der Tab. 2 entsprechende Versuche wurden unter Zusatz von Kupfersulfatlösung ausgeführt, und Tab. 3 zeigt, daß der Oxydationsstoß sowohl bei Asc. als auch bei Leuko-DCI durch Kupfer verstärkt wurde. Diese Verstärkung war bei den praktisch vorkommenden Kupferkonzentrationen jedoch nicht von Bedeutung und wurde überdies durch die WTP-Behandlung mit dem Oxydationsstoß selbst zum Verschwinden gebracht.

Tabelle 3. *Einfluß von Kupfer.*

Acceptor	Kupfer mmol/l	Oxydationswert mit 0,050 mmol/l Fe^{II}	Oxydationswert mit 0,500 mmol/l Fe^{II}
Asc.	0,00	0,57	2,18
„	0,10	0,91	2,38
„	1,00	1,55	3,13
Leuko-DCI . . .	0,00	0,34	1,21
„ . . .	0,10	0,83	1,60
„ . . .	1,00	1,16	1,89
„ . . .	1,00	0,00*	—

* Ohne Fe^{II}.

Metaphosphorsäurelösung, enthaltend Asc. bzw. Leuko-DCI, gegebenenfalls Kupfer und Fe^{II}. Oxydationswert 30 sec nach Zusatz von Wasserstoffperoxyd.

3. Oxydation durch Luftsauerstoff. Wie aus Kurve *C* in Abb. 2 bzw. aus Spalte 5 in Tab. 1 hervorgeht, konnte die durch Fe^{II} und Luftsauerstoff induzierte Oxydation von Asc. schon innerhalb 1 min beträchtlich werden, während der beschleunigende Einfluß von Fe^{III} auf die Oxydation von Asc. durch Luftsauerstoff erst nach 1 Std merklich wurde. Da insbesondere bei Naturstoffen die Herstellung eines titrierbaren Auszuges bis zu 1 Std Zeit in Anspruch nehmen konnte, traten bei Anwesenheit von Fe^{II} erhebliche Verluste an Asc. auf. Diese ließen sich in ähnlicher Weise verhindern wie bei der WTP-Behandlung, wobei schon geringere Konzentrationen ausreichten. Der Probe wurden zu Beginn der Analyse bzw. sofort nach Luftzutritt zunächst der Stabilisator und dann soviel Weinsäure zugesetzt, daß der herzustellende Auszug etwa 2% Weinsäure enthielt. Nach 2 min Warten, wobei die Probe zweckmäßig zerkleinert wurde, fügte man die halbe Menge Kaliumtartrat zu und verarbeitete weiter. Eine Verlängerung der Wartezeit war hier zu vermeiden, außerdem durften die angegebenen Konzentrationen an Weinsäure und Kaliumtartrat nicht wesentlich überschritten werden, da sonst die Stabilisierung gegen die kupferkatalysierte Oxydation geschwächt wurde. Enthielt der Auszug mehr Fe^{II} als 1 mmol/l (5 mg%), so boten die erwähnten Zusätze keinen Schutz mehr.

4. Anwendung von Oxalsäure. Zum Stabilisieren von Asc. ließ sich statt Metaphosphorsäure auch Oxalsäure verwenden, wobei eine Konzentration von 1% ausreichend war. Da jedoch bekannt ist, daß Oxalsäure

Fe^{III} bei Belichtung zu Fe^{II} reduzieren kann, war vorauszusehen, daß bei Anwesenheit von Fe^{III} Störungen auftreten würden. Die in Tab. 4 angeführten Versuche zeigen, daß sich das in Oxalsäurelösungen im Tageslicht gebildete Fe^{II} schon nach wenigen Sekunden mit DCI titrieren ließ (negative Oxydationswerte). War gleichzeitig Asc. anwesend, so entstanden Verluste an Asc., die vermutlich durch das gebildete Fe^{II} bedingt waren. Eine Verhinderung dieses Fe^{II}-Einflusses durch Zusatz

Tabelle 4. *Einfluß des Lichtes.*

Asc. mmol/l	Lösung	Tageslicht min	Oxydationswert ohne WTP	Oxydationswert mit WTP
0	1% Oxalsäure	0*	0,00	0,00
0	„	1	— 0,20	0,00
0	„	5	— 1,04	0,00
0	„	120	— 9,92	0,00
0,10	„	0*	0,00	0,00
0,10	„	1	0,00	0,00
0,10	„	5	— 0,45	+ 0,32
0,10	„	120	— 10,16	+ 0,72
0	1% Weinsäure	120	— 0,58	— 0,47
0	10% „	120	— 4,15	— 0,54

* 120 min im Dunkeln.

Oxalsäure- bzw. Weinsäurelösung, enthaltend Fe^{III} und gegebenenfalls Asc. Betr. WTP siehe Analysenvorschrift.

von Weinsäure wie im vorstehenden Abschnitt war hier nicht möglich, da auch Weinsäure im Licht durch Fe^{III} oxydiert wurde, wobei sich offenbar Dioxymaleinsäure bildete, welche als Redukton durch DCI ebenfalls erfaßt wurde. Metaphosphorsäure hemmte die photochemische Reaktion von Fe^{III} sowohl bei Oxalsäure als auch bei Weinsäure.

Da in biologischen Analysenproben Fe^{III} zwar häufig, meist jedoch in geringer Menge vorkommt, dürfte im allgemeinen selbst bei Verwendung von Oxalsäure nur mit geringen Fehlern durch Lichteinwirkung zu rechnen sein. Bei höheren Konzentrationen an Fe^{III} als 0,1 mmol/l (0,5 mg%) im Auszug muß eine Anwendung von Oxalsäure und Weinsäure sowie die Einwirkung von Licht vermieden werden. Die nur kurze Zeit in Anspruch nehmende WTP-Behandlung wird hierdurch nicht betroffen.

Anwendung.

Da die WTP-Behandlung an reinen Asc.-Lösungen entwickelt worden war, erschien eine Prüfung an einigen natürlich vorkommenden Stoffen angebracht, die zu Störungen Anlaß geben konnten. Die hierzu verwendeten Lösungen enthielten neben den erwähnten Mengen an Oxalsäure, Asc. und Fe^{II} jeweils 1% Gelatine, 3% Eialbumin, 3% Glykokoll,

7% Glucose, 3% Gummiarabicum, 1% Pektin, 50% Kartoffelpreßsaft, 50% Weißkohlpreßsaft oder 50% Apfelpreßsaft. In allen Lösungen wurde nach der WTP-Behandlung die schon vorhandene bzw. zugesetzte Asc. quantitativ wiedergefunden, ohne daß Störungen auftraten.

Um festzustellen, ob auch natürlich vorkommendes Fe^{III} durch das während der Analyse einwirkende Licht Fehler verursachen konnte, wurden einige Asc.-Bestimmungen an Spinat ausgeführt, welche Tab. 5

Tabelle 5. *Analyse unter Zusatz von Oxalsäure.*

Zusatz beim Zerkleinern	Tageslicht min	Titrationswert ml 0,001 n DCI-Lsg.		mg Eisen in 100 ml Auszug	
		ohne WTP	mit WTP	Fe^{II}	Gesamt
0*	30	4,65	4,66	—	—
0	30	4,80	—	—	—
0	480	4,79	4,65	0,15	0,42
Fe^{III}-oxyd	60	4,79	4,67	0,13	0,40
Fe^{III}-hydroxyd	60	8,77	4,68	4,37	17,28

* Auszug mit Metaphosphorsäure an Stelle von Oxalsäure hergestellt.
Ausführung siehe Text.

zeigt. Hierbei wurden 19,8 g Spinat, 10,0 mg% Gesamteisen enthaltend, in einer Kugelmühle mit Quarzsand und Oxalsäure zerkleinert, auf 100 ml aufgefüllt, filtriert und 5 ml mit 0,001 n DCI-Lösung titriert. Das im Auszug enthaltene Gesamteisen wurde colorimetrisch nach Veraschen bestimmt und Fe^{II} aus der Differenz der Titrationswerte berechnet. Es ergab sich, daß etwa 20% des in der Probe vorhandenen Gesamteisens in den Auszug übergegangen waren und davon etwa $\frac{1}{3}$ im Licht durch die Oxalsäure zu Fe^{II} reduziert wurde. Der Asc.-Gehalt stieg dadurch von 41,5 mg% auf scheinbar 42,8 mg% an. Die nur bei sehr genauer Titration feststellbaren Abweichungen waren indessen so gering, daß sie praktisch vernachlässigt werden konnten. Dagegen traten bei Anwesenheit größerer Mengen Fe^{III} erhebliche Überwerte auf, wie Tab. 5 für zugesetztes Fe^{III}-Hydroxyd (Eisenoxyd, dialysiert) erkennen läßt. Ein Zusatz von Fe^{III}-Oxyd machte sich nicht bemerkbar, weil es nicht in Lösung ging.

Theorie des Reaktionsverlaufes.

Die induzierende Wirkung des Systems Fe^{II} + Luftsauerstoff auf die Oxydation verschiedener Stoffe ist besonders von WARBURG[10] sowie WIELAND und FRANKE[12], die stärker induzierende Wirkung des Systems Fe^{II} + Wasserstoffperoxyd besonders von FENTON[2] sowie WIELAND und FRANKE[11] untersucht worden. Die „FENTON-Reaktion" kann je nach den Konzentrationen der Teilnehmer so rasch verlaufen, daß der anorganische oder organische Acceptor innerhalb weniger Sekunden zum

größten Teil oxydiert wird. Es war daher zu erwarten, daß die leicht oxydierbare Ascorbinsäure dasselbe Schicksal erleiden würde, obwohl sie gegen Wasserstoffperoxyd allein ziemlich beständig ist.

Aus unseren Versuchen ergab sich, daß bei genügend hohen Konzentrationen an Zusatzstoffen, wie Weinsäure, die mit Fe^{II} zur Komplexbildung befähigt sind, die induzierende Wirkung des Systems Fe^{II} Wasserstoffperoxyd unterdrückt werden konnte, ohne daß die Oxydierbarkeit des Fe^{II} durch Wasserstoffperoxyd beeinträchtigt wurde. Dieses gegensätzliche Verhalten des komplexgebundenen Fe^{II} läßt sich so deuten, daß es keine Reaktionen eingehen kann, die ein freies, dissoziierbares Fe^{II} voraussetzen, wie es bei den analytischen Nachweisreaktionen der Fall ist und bei den induzierten Oxydationsreaktionen angenommen werden muß. Dagegen kann es, ohne seine Komplexbindung aufzugeben, selbst oxydiert werden, da auch Fe^{III} Tartratkomplexe bildet. Deren Entstehung erscheint außerdem dadurch begünstigt, daß sie Fe^{III} fester gebunden halten als Fe^{II}. Mit der stärkeren Bindung von Fe^{III} muß auch die wesentlich erhöhte Oxydierbarkeit des komplexgebundenen Fe^{II} gegenüber dem freien Fe^{II} in Zusammenhang gebracht werden.

Die Notwendigkeit einer Wartezeit nach Zugabe von Weinsäure ist vermutlich dadurch bedingt, daß sich in der Fe^{II} und Metaphosphorsäure enthaltenden Probelösung (entsprechendes gilt für Oxalsäure) Fe^{II}-Metaphosphat bzw. ein Fe^{II}-Metaphosphorsäure-Komplex gebildet hat, dem die zugegebene Weinsäure zunächst Fe^{II} entziehen muß. Dieser Vorgang beansprucht Zeit, während der Fe^{II} entsprechend Kurve *A* in Abb. 2 noch nicht genügend maskiert ist. Der Wegfall der Wartezeit bei Anwendung von Alkalitartrat allein dürfte durch den erhöhten p_H-Wert bedingt sein, bei dem das Alkali-Ion unter Bildung von Alkalimetaphosphat einen schnellen Austausch von Fe^{II} herbeiführen kann. Bei den oben erwähnten Versuchen mit Zugabe der Komplexbildner *vor* dem Fe^{II} war ebenfalls keine Wartezeit erforderlich, weil hier Fe^{II} sofort von der schon vorhandenen Weinsäure bzw. dem Weinsäure-Tartratgemisch gebunden werden konnte. Die gute Schutzwirkung von Weinsäure unter Zusatz von Kaliumtartrat dürfte auf die Bildung von Fe^{II}-Alkalitartrat-Komplexen zurückzuführen sein, die Franke[3] näher beschrieben hat.

Zusammenfassung.

1. Die Oxydation von Ascorbinsäure und Leuko-Dichlorphenolindophenol durch Luftsauerstoff und Wasserstoffperoxyd unter dem katalytischen Einfluß von Fe(II)- und Fe(III)-Verbindungen wurde untersucht.

2. Es wurde festgestellt, daß die durch die Oxydation von Eisen(II)-Verbindungen induzierte Oxydation von Ascorbinsäure durch komplexe Bindung des Eisens an Weinsäure verhindert werden kann.

3. Es wurde ein Verfahren zur Bestimmung von Ascorbinsäure neben Eisen(II)-Verbindungen angegeben, welches auf der Oxydation des Eisens durch Wasserstoffperoxyd beruht.

Literatur.

[1] Diemair, W., W. Fresenius u. F. Arnold: Vit. u. Hormone **3**, 206 (1943). — [2] Fenton, H.: J. chem. Soc. **65**, 899 (1894). — [3] Franke, W.: Ann. Chem. **486**, 264 (1931). — [4] Gawron, O., u. R. Berg: Ind. Chem. Anal. Ed. **16**, 757 (1944). — [5] Huelin, E., u. J. Stephens: Austr. J. Exp. Biol. **25**, 17 (1947). — [6] Koch, J., u. W. Diemair: Pharmazie **3**, 104 (1948). — [7] Lorenz, A., u. L. Arnold: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. **10**, 687 (1938). — [8] Ott, M.: Angew. Chem. **58**, 22 (1945). — [9] Robinson, W., u. E. Stotz: J. of biol. Chem. **160**, 217 (1945). — [10] Warburg, O.: Z. physiol. Chem. **92**, 231 (1914). — [11] Wieland, H., u. W. Franke: Ann. Chem. **457**, 1 (1927). — [12] Wieland, H., u. W. Franke: Ann. Chem. **464**, 101 (1928).

Dr. E. Winter, Karlsruhe, Kaiserstraße 12.

Aus dem Institut für allgemeine Chemie der technischen Universität in Budapest.

Ascorbinometrische Bromatbestimmung.

Von

Ladislaus Erdey, Andreas Bodor und Helene Buzás.

(Eingegangen am 12. Oktober 1951.)

Wir veröffentlichten bereits Methoden zur direkten ascorbinometrischen Titration der Chlorate[1] und Jodate[2]. Chlorat wird in stark (4 n) schwefelsaurer Lösung in Anwesenheit von seleniger Säure titriert, die zu gleicher Zeit als Katalysator und als Indicator dient. Jodat ist so nicht bestimmbar, da die während der Reaktion entstehenden Jodide schon in sehr schwach saurer Lösung mit Jodat unter Bildung von Jod reagieren. Gibt man aber Quecksilber(II)-chlorid zur Jodatlösung, so bildet das Jodid einen wenig dissoziierten Komplex. Die Reduktion läuft dann eindeutig ab, so daß man Jodate direkt mit Ascorbinsäure maßanalytisch bestimmen kann. Quecksilber(II)-chlorid indiciert auch den Endpunkt. Bei dem ersten Tropfen überschüssiger Ascorbinsäure scheidet sich nämlich Quecksilber(I)-chlorid ab, wodurch die Lösung trüb wird.

Seither fanden wir, daß die letztbeschriebene Endpunktsindication auch bei Chloraten anwendbar ist. Die Inaktivität der Chlorate fordert aber auch in diesem Falle eine größere Säurekonzentration. Wegen der trägen Indicatorreaktion ist die Titration langsam zu beenden.

Arbeitsvorschrift: Die 8—40 mg Chlorate enthaltende Lösung verdünnt man mit Wasser und fügt soviel 8 n Schwefelsäure zu, daß die Lösung bei 100 ml

Endvolumen 4 n schwefelsauer ist. Man erwärmt auf 55—60°, setzt 10 ml 0,1 m Lösung von seleniger Säure, 5 ml 20%ige $MnSO_4$-Lösung und 10 ml kalt gesättigte $HgCl_2$-Lösung zu. Die so vorbereitete Lösung titriert man anfänglich schnell, nahe dem Endpunkte langsam mit 0,1 n Ascorbinsäurelösung, bis eine Opalescenz erscheint. Hat sich die Lösung unterdessen unter 40° gekühlt, so wird sie zweckmäßig vor Beendigung der Titration nochmals auf 55—60° erwärmt.

Auf Grund dieser Erfahrungen konnte man erwarten, daß Bromate, deren chemische Eigenschaften zwischen denen der Chlorate und Jodate liegen, mit beiden Endpunktsindicationen mit Ascorbinsäure bestimmbar sind. Versuche bestätigten dies. Da aber die Indication mit $HgCl_2$ bequemer und bestimmter ist, wandten wir diese für unsere Methode an.

Die Reaktion zwischen Ascorbinsäure und Bromat.

Nach den Redoxnormalpotentialen ist die Reduktion energetisch möglich:

$$\text{I. } BrO_3^- + 6\,H^+ + 6e \rightleftharpoons Br^- + 3\,H_2O \quad \ldots\ldots \quad E_1 = \quad +1{,}48\ V$$
$$\text{II. } 3\,C_6H_8O_6 \rightleftharpoons 3\,C_6H_6O_6 + 6\,H^+ + 6e \quad . \quad E_2 \quad \text{ca.} \quad -0{,}19\ V$$
$$BrO_3^- + 3\,C_6H_8O_6 \rightleftharpoons Br^- + 3\,C_6H_6O_6 + 3\,H_2O$$

Es gelingt aber nur schwer, die Reduktion durch potentiometrische Titration zu verfolgen. In neutraler Lösung ist die Reduktionsgeschwindigkeit sehr gering. Das Gleichgewicht stellt sich erst nach langem Warten ein. In dieser Zeit kann aber auch die Dehydroascorbinsäure schon etwas Bromat reduzieren. Das bewirkt, daß die Potentialwende schon vor dem Äquivalenzpunkt eintritt. Die bei der Jodatbestimmung mit Erfolg gebrauchte selenige Säure-Quecksilber(II)chloridlösung beschleunigt zwar die Reaktion, doch erscheint die Potentialwende auch in diesem Falle vor dem Äquivalenzpunkte und der Fehlerder Bestimmung beträgt — 1 bis — 5%.

Um zu klären, ob diese Erscheinungen tatsächlich Folgen der reduzierenden Einwirkung der Dehydroascorbinsäure sind, säuerten wir 50 ml 0,1 n Bromatlösung mit 20 ml 2 n Schwefelsäure an, dann gaben wir 2 ml m selenige Säure, 10 ml 0,1 n Silbernitratlösung, 80 ml Wasser und 25 ml 0,1 n Ascorbinsäure zur Lösung. Diese Menge Ascorbinsäure-Lösung sollte bei stöchiometrischer Reaktion 25 ml 0,1 n Bromatlösung reduzieren, d. h., es sollten 4,17 ml 0,1 n Bromidlösung entstehen, welche als Silberbromid ausfallen müßten. Wir bestimmten die Menge des entstandenen Bromids durch Titration des überschüssigen Silbernitrats nach Volhard. Da die Reaktion langsam abläuft, führten wir diese Titrationen nach verschiedenen Zeiten aus und konnten so feststellen, wieviel Zeit zur praktisch vollständigen Reduktion des Bromats durch Ascorbinsäure notwendig ist, und auch, ob sich eine Reaktion zwischen Bromat und Dehydroascorbinsäure abspielt. Die Ergebnisse zeigt Tabelle 1. (Von den Resultaten ist der Indicatorfehler schon abgerechnet.)

Tabelle 1.

50,00 ml 0,1 n $KBrO_3$-Lösg. + 20 ml 2 n H_2SO_4 + 2 ml m. H_2SeO_3-Lösg. + 10 ml 0,1 n $AgNO_3$-Lsg. + 8 ml $NH_4Fe(SO_4)_2$-Lsg. + 0,1 n NH_4SCN-Lsg.

Zeit	Zugefügt 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Reduzierte 0,1 n $KBrO_3$-Lösung ml	Abweichung %
Sofort titriert		19,36	— 22,5
Nach 5 min titriert . .		24,82	— 0,72
„ 15 „ „ . . .	25,00	24,80	— 0,80
„ 30 „ „ . . .		24,88	— 0,48
„ 60 „ „ . . .		24,88	— 0,48
„ 120 „ „ . . .		24,88	— 0,48

Man erkennt, daß sich bei sofortiger Titration zu niedrige Bromatwerte ergeben. Aber schon nach 5 min ist die theoretische Menge Bromid entstanden. Bei der beabsichtigten Endpunktsanzeige ist also keine Störung durch Dehydroascorbinsäure zu befürchten.

Zur bromatometrischen Ascorbinsäurebestimmung arbeiteten Schulek und Mitarbeiter eine Methode aus, bei welcher die Titration in schwach saurer Lösung, in Gegenwart von KBr mit 0,1 oder 0,01 n $KBrO_3$-Lösung ausgeführt wird[3]. Bei diesem Verfahren oxydiert das entstehende Brom die Ascorbinsäure. Der Überschuß reagiert im Endpunkte mit den p-Äthoxychrysoidin-Indicator. In unserer Reaktion umgehen wir aber das Brom und das dadurch entstehende hypothetische Bromadditionsprodukt, da die Ascorbinsäure in einer einzigen Phase direkt mit dem Bromat reagiert.

Die günstigsten Umstände der Bromattitration.

Die Anwesenheit von Mangan(II)-salzen begünstigt auch bei der Bromattitration die Wahrnehmung des Endpunktes. Ihre Wirkung ist aus Tabelle 2 zu entnehmen. Die angegebenen Resultate sind Mittelwerte aus mehreren Parallelbestimmungen.

Tabelle 2. *Änderung der Konzentration von $MnSO_4$.*

10 ml 2 n HCl + 10 ml ges. $HgCl_2$-Lsg. + 1 ml m H_2SeO_3-Lsg. in 100 ml Endvolumen.

Titrierte 0,1 n $KBrO_3$-Lösung ml	20%ige $MnSO_4$-Lösung ml	Verbrauchte 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Abweichung %
20,00	0,0	20,21	+ 1,0
	1,0	20,09	+ 0,5
	5,0	20,04	+ 0,2
	10,0	20,01	+ 0,05
	20,0	20,02	+ 0,1

In Abwesenheit von $MnSO_4$ kann also das Übertitrieren einen Fehler von + 1,0% verursachen. Dagegen beeinflußt auch eine 100%ige Änderung der Mangankonzentration die Ergebnisse nicht wesentlich.

In der Folge benützten wir 10 ml 20%ige $MnSO_4$-Lösung bei 100 ml Endvolumen.

Nun suchten wir die günstigste HCl-$HgCl_2$-Konzentration, wobei die Selenigsäure-Konzentration (1 ml 1 m) und die $MnSO_4$-Konzentration (10 ml) konstant blieben. Es wurden zu den Versuchen immer 20 ml 0,1 n $KBrO_3$-Lösung benützt. Wir bemerken noch, daß in den Parallelversuchen, deren Mittelwert angegeben ist, mit gleicher Geschwindigkeit titriert wurde (Tab. 3).

Tabelle 3. *Änderung der Konzentration von HCl-$HgCl_2$.*

1 ml m H_2SeO_3- + 10 ml 20%ige $MnSO_4$-Lösung in 100 ml Endvolumen. Gesättigte $HgCl_2$-Lösung ml						
2 n HCl-Lösung ml	0	1	5	10	20	30
0	7,58	—	—	—	—	—
1	13,49	16,77	9,45	5,15	2,16	1,57
5	19,37	20,10	20,07	20,00	19,95	19,95
10	20,00	20,19	20,10	20,01	20,00	19,98
20	20,05	20,20	20,15	20,02	20,02	19,98

Die Tabelle zeigt, daß die Bestimmung auch ohne $HgCl_2$-Lösung in 0,2—0,4 n chlorwasserstoffsäuriger Lösung ausführbar ist, in welchem Falle der Endpunkt durch das sich ausscheidende kolloidale Selen angezeigt wird. Die Ergebnisse sind genügend genau. Kalomelausscheidung ist aber ein besser wahrnehmbarer Endpunktsanzeiger. Ist zu wenig $HgCl_2$ in der Lösung, so übertitriert man. Die günstigsten Bedingungen sind 10 ml gesättigte $HgCl_2$-Lösung bei 100 ml Endvolumen und 0,1—0,5 n Säurekonzentration.

Von der Konzentration an seleniger Säure hängt die Genauigkeit der Bestimmung viel weniger ab, als es bei der Chloratbestimmung der Fall ist. Man verwendet am besten 0,5—2,0 ml molarer Selenigsäurelösung je 100 ml Flüssigkeit (Tab. 4).

Tabelle 4. *Änderung der H_2SeO_3-Konzentration.*

10 ml 2 n HCl + 10 ml ges. $HgCl_2$-Lsg. + 10 ml 20%ige $MnSO_4$-Lsg. in 100 ml Endvolumen.			
Titrierte 0,1 n $KBrO_3$-Lösung ml	Molare H_2SeO_3-Lösung ml	Verbrauchte 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Abweichung %
	0,0	—	Keine Hg_2Cl_2-Ausscheidung
	0,5	20,00	0,0
20,00	1,0	20,01	+ 0,05
	2,0	20,02	+ 0,1
	5,0	19,89	— 0,5

Bei höherer Temperatur wird weniger Ascorbinsäure verbraucht. Wahrscheinlich reduziert hier die entstandene Dehydroascorbinsäure

auch mit. Bei Zimmertemperatur ist dieser Fehler vernachlässigbar, bei 40° erreicht er auch nur — 1,0% (Tab. 5).

Tabelle 5. *Änderung der Temperatur.*

10 ml 2 n HCl + 10 ml ges. $HgCl_2$-Lsg. + 10 ml 20%ige $MnSO_4$- + 1 ml m H_2SeO_3-Lösung in 100 ml Endvolumen			
Titrierte 0,1 n $KBrO_3$-Lösung ml	t C°	Verbrauchte 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Abweichung %
	20	20,01	+ 0,05
20,00	40	19,78	— 1,0
	60	19,10	— 4,5
	80	16,01	— 20,0

Wir untersuchten die Anwendungsmöglichkeit unseres Verfahrens auch bei verschiedenen Bromatkonzentrationen. Man kann außer in 0,1 n Lösung auch in 0,01 n Lösung arbeiten, aber der Fehler kann dabei — 4% erreichen. Dieser Überschuß an 0,01 n Ascorbinsäurelösung ist für eine wahrnehmbare Kalomelausscheidung notwendig. Der Indicatorfehler betrug + 0,2% (Tab. 6).

Tabelle 6.

0,1 n $KBrO_3$-Lösung			0,01 n $KBrO_3$-Lösung			
10 ml 2 n HCl + 10 ml ges. $HgCl_2$-Lsg. + 10 ml 20%ige $MnSO_4$-Lsg. + 1 ml m H_2SeO_3-Lsg. in 100 ml Endvolumen.						
Titrierte 0,1 n $KBrO_3$-Lösung ml	Verbrauchte 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Abweichung %	Titrierte 0,01 n $KBrO_3$-Lösung ml	Verbrauchte 0,01 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Wert nach Abzug der Indicator-Korrektur	Abweichung %
5,00	5,01	+ 2,0	5,00	5,06	4,84	— 2,4
10,00	10,01	+ 1,0	10,00	10,55	10,35	+ 3,5
15,00	15,01	+ 0,7	15,00	15,85	15,65	+ 4,3
20,00	19,99	— 0,05	20,00	20,78	20,58	+ 2,9
25,00	24,96	— 0,2	25,00	25,70	25,50	+ 2,0
30,00	29,99	— 0,03	30,00	30,69	30,49	+ 1,6

Arbeitsvorschrift.

Zu einer neutralen Lösung, welche 10–100 mg Bromat-Ionen enthält, fügt man in einem 200 ml-Titrierkolben 10 ml 2 n Salzsäure, 10 ml gesättigte Quecksilber(II)-Chloridlösung, 10 ml 20%ige Mangansulfatlösung, 1 ml molare Lösung von seleniger Säure und soviel Wasser, daß an dem zu erwartenden Endpunkt die Lösung 100 ml Endvolumen hat. Die so vorbereitete Lösung titriert man mit 0,1 n Ascorbinsäurelösung anfangs schnell, in der Nähe des Endpunktes langsam bis zum Auftreten einer Opalescenz. 1 ml 0,1 n Ascorbinsäurelösung entspricht 2,7835 mg $KBrO_3$ oder 2,5152 mg $NaBrO_3$.

Genauigkeit der Bestimmung.

Nach obiger Vorschrift führten wir 20 parallele Titrationen aus, deren Ergebnisse in Tabelle 7 wiedergegeben sind. Man erreicht demnach mit dem Verfahren eine sehr große Genauigkeit.

Tabelle 7. *Genauigkeit.*

0,1n $KBrO_3$-Lösung ml	Verbrauchte 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml		Mittelwert ml	Mittlerer Fehler ml	Mittlerer Fehler des Mittelwertes ml	Relativer Fehler %
	20,02	20,01				
	19,96	19,98				
	20,02	19,98				
	19,99	20,00				
	20,00	19,96				
20,00	19,99	20,00	19,99	± 0,02	± 0,0014	± 0,007
	19,98	20,00				
	19,96	19,99				
	20,01	20,01				
	20,00	20,02				

Einfluß fremder Ionen.

Zur praktischen Verwendbarkeit des Verfahrens untersuchten wir seine Genauigkeit bei Anwesenheit von verschiedenen Salzen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 zusammengefaßt.

Tabelle 8. *Untersuchung des Einflusses fremder Ionen.*

20,00 ml 0,1 n $KBrO_3$- + 10 ml 2 n HCl- + 10 ml ges. $HgCl_2$- + 10 ml 20%ige $MnSO_4$- + + 1 ml m H_2SeO_3-Lösung in 100 ml Endvolumen.

Fremde Stoffe	Mol $KBrO_3$ je Mol fremder Ionen	Verbrauchte 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Abweichung %	Bemerkung
	3 : 1	20,01	+ 0,05	
HNO_3 . . .	1 : 1	21,18	+ 5,9	
	1 : 3	23,69	+ 18,4	Zuviel HNO_3 stört
	3 : 1	20,03	+ 0,1	
KNO_3 . . .	1 : 1	20,52	+ 2,6	
	1 : 10	27,05	+ 35,3	Zuviel KNO_3 stört
	3 : 1	18,59	— 7,0	
KNO_2 . . .	1 : 1	15,15	— 24,2	KNO_2 stört
	1 : 3	12,84	— 35,8	
	1 : 1	20,00	0,0	
Na_2SO_4 . .	1 : 10	19,91	— 0,4	
	1 : 1	20,03	+ 0,1	
NH_4Cl . . .	1 : 10	20,01	+ 0,05	
	1 : 50	20,00	0,0	
	1 : 1	20,02	+ 0,1	Zuviel Na_2HPO_4
Na_2HPO_4. .	1 : 5	19,94	— 0,3	vermindert die
	1 : 10	19,51	— 2,4	Genauigkeit

Tabelle 8. (Fortsetzung.)

20,00 ml 0,1 n $KBrO_3$- + 10 ml 2 n HCl- + 10 ml ges. $HgCl_2$- + 10 ml 20%ige $MnSO_4$- + +1 ml m H_2SeO_3-Lösung in 100 ml Endvolumen.

Fremde Stoffe	Mol $KBrO_3$ je Mol fremder Ionen	Verbrauchte 0,1 n Ascorbinsäure-Lösung ml	Abweichung %	Bemerkung
NaF . . .	1 : 1	20,01	+ 0,05	
	1 : 1	20,01	+ 0,05	
	1 : 5	20,00	0,0	
NaCl . . .	1 : 10	20,00	0,0	
	1 : 20	20,01	+ 0,05	
	1 : 50	20,00	0,0	
KCl	1 : 1	20,01	+ 0,05	
	1 : 10	20,00	0,0	
KBr. . . .	1 : 1	20,08	+ 0,4	
	1 : 10	19,48	— 2,6	Bromausscheidung
	10 : 1	19,96	— 0,2	
	5 : 1	20,03	+ 0,1	
KJ	2 : 1	18,45	— 7,8	Endpunkt unsicher
	1 : 1	18,39	— 8,0	Endpunkt unsicher
	1 : 2			HgJ_2-Ausscheidung
$KClO_3$ . . .	1 : 1	22,22	+ 11,1	$KClO_3$ stört
KJO_3 . . .	1 : 1	40,7	+ 109,5	Wird mittitriert
$AgNO_3$. . .	1 : 1			Weißer Niederschlag
$Pb(CH_3COO)_2$	1 : 1			Mit $MnSO_4$ weiße Fällung
$FeSO_4$ . . .	1 : 1	20,09	+ 0,4	Mit H_2SeO_3 grüne Fäll.
	1 : 10			
$Bi(NO_3)_3$ . .	1 : 1			Weiße Fällung
$CdSO_4$ . . .	1 : 1	20,03	+ 0,1	
	1 : 10	20.17	+ 0,8	
$CuSO_4$ . . .	1 : 1	19,92	— 0,4	
	1 : 10	19,81	— 1,0	
As_2O_3 . . .	1 : 1	4,41	— 78,0	As_2O_3 stört
$BaCl_2$ . . .	1 : 1			Weiße Fällung
$CrCl_3$ . . .	1 : 1	20,03	+ 0,1	
$K_4Fe(CN)_6$.	1 : 1			
$K_3Fe(CN)_6$.	1 : 1			Mit $MnSO_4$ braune Fällung
$(COOH)_2$. .	1 : 1	20,01	+ 0,05	
	1 : 10	19,96	— 0,2	
Weinsäure .	1 : 1	20,00	0,0	
	1 : 10	19.86	— 0,7	
$Na_2B_4O_7$ . .	1 : 1	19,98	— 0,1	
Alkohol . .	10 ml	15,25	— 23,8	Alkohol stört

Wie aus Tabelle 8 zu entnehmen ist, stören Sulfate, Chloride, Phosphate, Oxalate, Tartrate von Ammonium, Natrium, Kalium, Cadmium, Kupfer(II) und Chrom(III) überhaupt nicht. Die Bestimmung ist auch in Anwesenheit geringer Mengen von freier Salpetersäure und Nitraten durchführbar. In Anwesenheit von NO_2^-, Bi^{+++}, AsO_2^-, $Fe(CN)_6^{4-}$, $Fe(Cn)_6^{3-}$, viel ClO_3^- und viel Fe^{++} gelingt die Titration nicht. Jodate werden mittitriert. Führt man die Bestimmung in diesem Falle ohne Mangansulfat aus, so kann man die aus dem Jodaten entstandenen Jodide nach Oxydation mit Brom ascorbinometrisch bestimmen. Das zu benützende Verfahren gaben wir in unserer früheren Mitteilung an.

Zusammenfassung.

In schwach saurer (0.2—0.5 n)-Lösung sind Bromate in Anwesenheit von seleniger Säure als Katalysator mit Ascorbinsäure bestimmbar. Man fügt zur Lösung $HgCl_2$, welches die entstehenden Bromide in einer wenig dissoziierten Komplexform bindet und den Endpunkt der Titration durch Kalomelausscheidung kenntlich macht. Setzt man $MnSO_4$ zur Lösung und beendet die Titration langsam, so vermeidet man eine Übertitration. Die Bestimmung ist bei Zimmertemperatur durchzuführen. Die störende Wirkung fremder Salze wurde untersucht.

Literatur.

[1] Erdey, L., u. A. Bodor: Diese Z. **133**, 265 (1951). — [2] Erdey, L., A. Bodor u. H. Buzás: Diese Z. **134**, 22 (1951). — [3] Schulek, E., J. Kovács u. P. Rózsa: Diese Z. **121**, 17 (1941).

Prof. Dr. L. Erdey, Budapest, Gellért-tér 4 (Ungarn).

Aus dem Institut für anorganische Chemie und Elektrochemie der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule.

Katalyse und Induktion bei Redox-Titrationen.

Von

Alwin Schleicher.

Mit 1 Textabbildung.

(Eingegangen am 29. Oktober 1951.)

Die theoretisch schwierigst deutbaren Vorgänge der quantitativen Analyse sind ohne Zweifel diejenigen, welche zu den Redox-Titrationen gehören. Bei ihnen treten vielfach Verzögerungen im Reaktionsablauf ein, die sich zwar größtenteils überwinden lassen, zu deren Erklärung jedoch die Begriffe der Katalyse und Induktion herangezogen werden müssen, ohne daß damit eine befriedigende Deutung gegeben werden könnte.

Man findet darüber in der neueren analytischen Literatur eine sehr eingehende Darstellung bei I. M. Kolthoff[2], in welcher dieser Autor aber immer wieder betont, daß nur das sorgfältige Studium der beobachtbaren Erscheinungen zu einer befriedigenden Erklärung führen könne.

Wenn daher im Folgenden der Versuch unternommen wird, ohne neues Beobachtungsmaterial eine Deutung zu geben, so geschieht dies nur auf Grund der Folgerungen, welche Verfasser aus seinen Studien der sogenannten inneren Elektroanalyse gezogen hat[3], und mit Hilfe der Deutung der Induktion, so wie sie die Physik gibt.

Die erstere hatte zu der Erkenntnis geführt, daß das Ohmsche Gesetz nicht nur für die Vorgänge jener Fällungsmethode, sondern auch für diejenigen der Neutralisationstitrationen Gültigkeit besitzt und zu Erklärungen führt, die bisher nicht gegeben werden konnten[4].

In beiden Fällen spielt der Begriff des „inneren Widerstandes" W_i eine große Rolle. Er ist zwar von den galvanischen Elementen her durchaus bekannt, wird hier aber auf die einfachen Vorgänge und Umsetzungen in wäßrigen Lösungen angewandt. C. L. Berthollet und nach ihm W. Nernst haben für chemische Reaktionen ein dem Ohmschen Gesetz analoges formuliert, nach welchem die „Triebkraft der Reaktion gleich ist dem Produkt aus der Reaktionsgeschwindigkeit und dem Reaktionswiderstand". Entspricht erstere der elektromotorischen Kraft, die zweite der Stromstärke, so folgt für den Reaktionswiderstand Identität mit dem Ohmschen Leitungswiderstand. Dies läßt sich unter Berücksichtigung der Definitionen obiger Begriffe noch genauer belegen.

Aus dieser Analogie heraus wurden die Begriffe der Arbeit, der Leistung, des inneren Widerstandes, der Kapazität und der Selbstinduktion auch auf die analytisch-chemischen Vorgänge angewandt[5].

Die Induktion. Unter dieser versteht der Physiker das Auftreten eines Stromes in einem Leiter, der in einer oder mehreren Windungen um einen Magneten geführt ist, wenn sich beide gegeneinander bewegen. An Stelle eines Magneten kann auch ein zweiter, ruhender Leiter treten, durch den man einen ersten induzierenden Strom schickt, diesen abschaltet bzw. verstärkt oder schwächt. Über die Wirkung des entstehenden induzierten Stromes sagt die physikalische Erscheinung aus, daß sie der induzierenden Ursache entgegenstrebt. Nun bestehen nach den derzeitigen Anschauungen alle Redox-Rektionen aus zwei einander entgegengesetzt gerichteten Teilvorgängen, einem reduzierenden und einem oxydierenden. Man formuliert dies bekanntlich wie folgt:

$$1)\ Ox_1 + n\,e \rightleftharpoons Red_1$$
$$2)\ Red_2 \rightleftharpoons Ox_2 + n\,e.$$

Zusammengefaßt ergibt sich:

$$Ox_1 + Red_2 \rightleftharpoons Red_1 + Ox_2.$$

In der Summe heben sich die freigesetzten und die aufgenommenen Ladungseinheiten auf, so wie auch der physikalische Vorgang lehrt, daß hierbei Energie nicht verlorengeht oder gewonnen werden kann.

Ist also 1) ein reduzierender, 2) ein oxydierender Vorgang, so wirkt 1) induzierend und 2) wird induziert. Grundsätzlich sind somit alle Redox-Vorgänge als Induktionsvorgänge zu deuten.

Über die Größe des induzierten Stromes sagt das Ohmsche Gesetz aus, daß die Stromstärke gleich dem Quotienten aus der primären elektromotorischen Kraft und dem Leitungswiderstand des sekundären Leiters ist, A gleich V/R. Setzt man also an Stelle der beiden metallischen Leiter den induzierenden und den induzierten chemischen Teilvorgang, an die Stelle der elektromotorischen Kraft V den Spannungs- bzw. Potentialabfall des elektrometrisch verfolgten Vorgangs, an die der Stromstärke A die Reaktionsgeschwindigkeit in Milligramm pro Sekunde und endlich an die des Leitungswiderstandes R den inneren Widerstand W_i des zu induzierenden Teilvorganges, so folgt:

$$\text{Reaktionsgeschwindigkeit (mg/s)} = \frac{\text{Potentialgefälle } (\Delta\varepsilon)}{\text{innerer Widerstand } (W_i)}$$

Die Berechnung der elektromotorischen Kraft $\Delta\varepsilon$. Die Berechnung der elektromotorischen Kraft bzw. des Potentialgefälles erfolgt unter Beobachtung der Oxydationspotentiale aus den Normalpotentialen und den Gleichgewichtskonstanten der dem chemischen Vorgang zugrunde liegenden Umsetzung.

Dies möge am Beispiel der Titration von Cer(IV)-Ion mit Eisen(II)-Ion an Hand einer Tabelle und einer Titrationskurve erläutert werden (Kolthoff[2], S. 84ff.):

Tabelle 1.

$\varepsilon_0 Ce = +1{,}60$		$\varepsilon_0 Fe = +0{,}76$	
% Ceri reduziert	$\frac{Ce^{4+}}{Ce^{3+}}$	ε	
9,0	10	$1{,}60 + 0{,}059$	$= 1{,}659$
50,0	1,0	1,60	1,60
91,0	0,1	$1{,}60 - 0{,}059$	1,541
99,0	0,01	$1{,}60 - 2 \cdot 0{,}059$	1,482
99,9	0,001	$1{,}60 - 3 \cdot 0{,}059$	1,423
100,0	$7{,}9 \cdot 10^{-8}$	$1{,}60 - 7{,}1 \cdot 0{,}059$	1,180
% Ferro im Überschuß	$\frac{Fe^{3+}}{Fe^{2+}}$		
0,1	1000	$0{,}76 + 3 \cdot 0{,}059$	$= 0{,}937$
1,0	100	$0{,}76 + 2 \cdot 0{,}059$	0,878
10,0	10	$0{,}76 + 1 \cdot 0{,}059$	0,819

Der Berechnung liegt die Gleichung:

$$Ce^{4+} + Fe^{2+} \rightleftharpoons Ce^{3+} + Fe^{3+}$$

zugrunde. In diesem Falle ergibt sich das Potential im Äquivalenzpunkt aus der Summe der Normalpotentiale dividiert durch 2, und es folgt das Konzentrationsverhältnis Cer(IV)/Cer(III) in ihm aus der Differenz der Normalpotentiale dividiert durch 0,059. Sie stellt den Logarithmus der Gleichgewichtskonstante dar, deren 2. Wurzel das Verhältnis wiedergibt.

$$\text{Potential im Äquivalenzpunkt: } \varepsilon = \frac{\varepsilon^{o}\text{Ce} + \varepsilon^{o}\text{Fe}}{2} = 1{,}18$$

$$\text{Konzentrationsverhältnis im Äquivalenzpunkt} = \sqrt[2]{K},\ \log K = \frac{\varepsilon^{o}\text{Fe} - \varepsilon^{o}\text{Ce}}{0{,}059} = -14{,}2.$$

Hat man also bei 91%iger Reduktion der Ceri-Ionen ein Potential von 1,54, im Äquivalenzpunkt ein solches von 1.18 und bei 10%iger Übertitration ein solches von 0,819 *V*, so beträgt das Potentialgefälle der Ceri-Reduktion in diesem Bereich $\Delta\varepsilon = 0.361$ *V*. Den gleichen Wert zeigt auch die Oxydation Eisen(II)/Eisen(III). Es stehen also die beiden elektromotorischen Kräfte im Verhältnis 1 : 1 zueinander. Der *Gesamtwert* von $\Delta\varepsilon$ ist natürlich größer, indem der errechnete je Zehnerpotenz um 0,059 *V* steigt. Aber der errechnete Wert entspricht dem wesentlichen Teil, da in ihm der eigentliche Potentialsprung liegt.

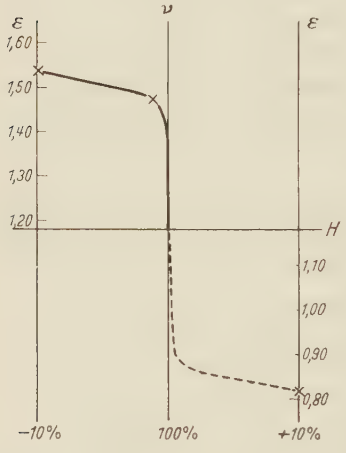

Abb. 1.
Titrationskurve für den Bereich von 10% vor und hinter dem Äquivalenzpunkt.

Dies Verhältnis der elektromotorischen Kräfte der Teilvorgänge zeigt auch die Titrationskurve der Abb. 1.

Es ist eine symmetrische Kurve; bringt man die beiden Kurvenäste durch Drehung um die Äquivalenzhorizontale *H* und -vertikale *V* zur Deckung miteinander, so erkennt man, daß der Red-Vorgang und der Ox-Vorgang gleichzeitig und nebeneinander in denselben Stufen erfolgen. Während das Potential des ersteren fällt, steigt dasjenige des letzteren um den gleichen Betrag an, bis beide im Äquivalenzpunkt den gleichen Wert angenommen haben.

Daraus läßt sich die geleistete Arbeit pro Äquivalent Ce und Fe errechnen; sie beträgt 96500 · 0,361 Volt-Coulomb.

In anderen Fällen trifft die Koincidenz der beiden Kurvenäste nicht zu, aber die $\Delta\varepsilon$-Werte der beiden Teilvorgänge stehen in einem ganzzahligen Verhältnis zueinander. So beträgt $\Delta\varepsilon$ bei der Eisen(III)/Eisen(II)-Titration mit Zinn(II)/Zinn(IV)-Ionen im gleichen Bereich vor und

hinter dem Äquivalenzpunkt 0,355 bzw. 0,178 *V*, entsprechend also einem Verhältnis 2 : 1.

Gemäß der Gleichung:

$$2\,Fe^{3+} + Sn^{2+} \rightleftharpoons 2\,Fe^{2+} + Sn^{4+}$$

werden zwei Ladungseinheiten ausgetauscht; es folgt log *K* bei einem Normalpotential $Sn^{4+}/Sn^{2+} = 0{,}138$ aus:

$$\frac{2\,(0{,}138 - 0{,}76)}{0{,}059} = -21.$$

Da sich ferner 2 Atome Fe mit 1 Atom Sn umsetzen, errechnet sich das Konzentrationsverhältnis Fe^{3+}/Fe^{2+} im Äquivalenzpunkt aus der dritten Wurzel von *K* zu 10^{-7}. Das Potential beträgt bei 91% Ferri reduziert 0,701 und im Äquivalenzpunkt 0,346. Dies aus $\varepsilon = \frac{0{,}76 + 2 \cdot 0{,}138}{3}$.

Für 10% Sn^{2+} im Überschuß liegt es bei 0,167 *V*. Somit ist $\Delta\varepsilon$ für Fe^{3+} Fe^{2+} = 0,355 und für Sn^{2+}/Sn^{4+} = 0,178 *V*. Es entspricht der doppelt so großen Zahl reduzierter Fe^{3+}-Ionen nur die einfache oxydierter Sn^{2+}-Ionen. Im Falle des Zinns kommt bei der Potentialberechnung nur der halbe Faktor 0,059 in Ansatz.

Die geleistete Arbeit ist wiederum die gleiche; es ist $96500 \cdot 0{,}355 = 2 \cdot 96500 \cdot 0{,}178$ je Äquivalent Fe und Sn. Aus ihr läßt sich die „analytisch genutzte Arbeit" aus dem jeweiligen Analysenergebnis errechnen.

Der innere Widerstand. Ist somit die Triebkraft des induzierten Teilvorganges durch diejenige des induzierenden bestimmt, so bleibt für die Größe der Reaktionsgeschwindigkeit noch ihre Abhängigkeit vom inneren Widerstand W_i des induzierten Vorganges bestehen. Er ist eine komplexe Größe, kann nicht gemessen, sondern nur errechnet werden. Einen Anhalt für ihn gewinnt man nur aus der Schnelligkeit des Vorganges. Sie ist in den beiden zitierten Fällen groß, so daß W_i offenbar sehr klein ist.

Daraus ergibt sich für die Leistungen der beiden Teilvorgänge in beiden Fällen, daß sie einander gleich und sehr groß sind. Zahlenmäßige Angaben lassen sich nicht machen, da der Zeitverbrauch nicht gemessen werden kann.

Zur Darstellung dieser Induktionen bedienen wir uns des Schemas eines Doppelpfeiles in vertikaler Lage:

$$\begin{array}{cc} Ce^{4+} & Fe^{3+} \\ \downarrow & \uparrow \\ Ce^{3+} & Fe^{2+} \end{array} \qquad \begin{array}{cc} Sn^{2+} & Fe^{2+} \\ \downarrow & \uparrow \\ Sn^{4+} & Fe^{3+}. \end{array}$$

Die Selbstinduktion. Wesentlich anders liegen die Verhältnisse bei der Verwendung des *Permanganat-Ions.* Hier beobachtet man eine meßbare Reaktionsverzögerung. Dieses Ion enthält ein hochwertiges Manganatom,

es ist durch seine 4 Sauerstoffatome in seinem Oxydationspotential p_H-abhängig. Es ist deshalb auch irreversibel und zeigt eine große Zahl von Reduktionsstufen. Sie sind durch Umsetzungen miteinander verbunden. Von diesen interessiert hier vor allen Dingen diejenige von:

$$MnO_4^- + Mn^{2+} \rightarrow Mn^{3+}$$

und zwar deswegen, weil einmal das Mn^{2+} den ganzen Vorgang beschleunigt, dann aber auch, weil nach den sehr eingehenden Untersuchungen von A. Skrabal[7] das entstehende Mn^{3+} reaktionsfähige Zwischenprodukte liefert.

Bei dieser Umsetzung findet eine gleichzeitige Reduktion und Oxydation statt, jedoch nicht wie in obigen Beispielen an verschiedenen Elementen, sondern am gleichen. Es liegt nun außerordentlich nahe, diesen Vorgang mit dem physikalischen der gegenseitigen Induktion zu vergleichen. Sie erscheint als Rückwirkung des induzierten Leiters auf den induzierenden. Sie könnte aber besser noch als *Selbstinduktion* angesehen werden, welche eine Änderung der Richtung les Stromes eines Leiters in den *eigenen* Windungen hervorruft. Wir wollen sie wie folgt darstellen:

$$\begin{array}{ccc} MnO_4^+ & & Mn^{3+} \\ & \searrow \quad \nearrow & \\ & Mn^{2+} & \end{array}$$

Der Vorgang entspricht einer nicht umkehrbaren Disproportionierung und kann mit einem Wechselstrom in einer Drosselspule verglichen werden. Eine solche hält jenen zurück, läßt aber Gleichstrom passieren. Um einen solchen zu erhalten, muß man einen zweiten Induktionsstrom anregen, zu dem sich einerseits das gebildete Mn^{3+} anbietet und zu dem ein anderes oxydierbares Ion zugegen sein muß. Tritt also an die Stelle des MnO_4^- das p_H-unabhängige Mn^{3+} mit seinem jenem nahe gleichen Oxydations-Normalpotential von 1,51 statt 1.52 und sind $C_2O_4^{2-}$ oder Fe^{2+} oder Cl^- zugegen, so kann erfolgen:

$$\begin{array}{ccc} Mn^{3+} & CO_2 & \\ \downarrow & \uparrow & \text{bzw.} \\ Mn^{2+} & C_2O_4^{2-} & \end{array} \qquad \begin{array}{ccc} Mn^{3+} & Fe^{3+} & \\ \downarrow & \uparrow & \text{bzw.} \\ Mn^{2+} & Fe^{2+} & \end{array} \qquad \begin{array}{ccc} Mn^{3+} & Cl_2 & \\ \downarrow & \uparrow & . \\ Mn^{2+} & Cl^- & \end{array}$$

Diese schließen sich an obigen Richtungswechsel an.

Die Selbstinduktion ist also die Ursache der Verzögerung bei der Oxalattitration während der sogenannten *Inkubationsperiode* nach Skrabal, und ihr langsames Verschwinden erklärt sich durch die allmähliche Bildung von Mn^{2+}. Wird aber dieses von vornherein in größeren Mengen zugesetzt, so daß jeder Tropfen MnO_4^- auf eine genügende Anzahl von Mn^{2+} trifft, wird die Verzögerung ganz unterdrückt und die Bildung von Mn^{3+} begünstigt.

Physikalisch wird die Selbstinduktion durch eine Widerstandsformel ausgedrückt; sie ist, wie Verfasser gezeigt hat, der ins zeitlich Meßbare gerückte innere Widerstand[3].

Bei der Eisentitration in salzsaurer Lösung sind die Verhältnisse insofern komplizierter, weil hier zwei oxydierbare Ionen nebeneinander vorliegen, Fe^{2+} und Cl^-. Sie kommen beide sowohl mit ihren Normalpotentialen als auch mit ihren Reaktionswiderständen zur Geltung. Berechnet man k für beide nach den früheren Beispielen, so findet man im Fall von Cl^- einen Wert von nur 0,016, in dem von Fe^{2+} einen solchen von 0,32 V. Die elektromotorische Kraft ist also im letzten Falle 20mal größer als im ersten.

Berücksichtigt man den hohen inneren Widerstand für die Cl_2-Gas-Bildung, wie er durch den hohen Überspannungswert gegeben ist, so folgt, daß die Reaktionsgeschwindigkeit für die Eisenoxydation sehr viel größer ist, da ihr innerer Widerstand ein sehr geringer ist. Wird also genügend Mn^{2+} von vornherein zugefügt, so erfolgt jene in erster Linie.

Das gleichzeitige Auftreten von Cl_2 und Fe^{3+} bzw. höherer Eisenoxyde neben Mn^{3+} und Mn^{4+} bzw. MnO_2-Hydraten steht im Zusammenhang mit der Selbstinduktion und entspricht dem Auftreten sogenannter *Wirbelströme* in ausgedehnten Metallmassen. Diese Ströme verbrauchen nutzlos Energie, so wie Cl_2, höhere Fe- und Mn-Ionen nutzlos Permanganat. Man verhindert jene durch lamellare Ausbildung der Anker und Magnete, so wie man die Selbstinduktion durch Zusatz von Mn^{2+} verringert.

Die Katalyse. Während Skrabal, Kolthoff und andere Autoren die Deutung der Beschleunigung durch die Erscheinung der Induktion versuchen, sprechen wieder andere, so A. Mittasch[6], von einer autokatalytischen Wirkung. F. Kessler[1] hat als erster den Induktionsbegriff für diese Vorgänge verwendet, er spricht von „chemischer Induktion" zur Unterscheidung von der physikalischen. Für die vielen Fälle, in denen der Induktionsbegriff, namentlich bei organischen und biologischen Vorgängen, herangezogen wird, bezeichnet man diese Induktion als eine stoffliche und durch Reaktionskopplung gekennzeichnete. Die Induktion ist durch mannigfaltige Übergänge mit der Katalyse verknüpft. Auch im vorliegenden Falle sind die Charakteristika derselben vorhanden, das Mn^{2+} ist ein stofflicher Träger der Erscheinung, der durch seine Gegenwart den Urakt der Katalyse herbeiführt, hier:

$$MnO_4^- + Mn^{2+} \rightarrow Mn^{3+},$$

Mn^{3+} tritt vorübergehend in die Reaktion ein, wird aber wieder zu Mn^{2+} zurückgebildet. Das erstgebildete Mn^{3+} trifft auf ein oxydierbares Ion ($C_2O_4^{2-}$, Fe^{2+}, Cl^-) und schaltet sich damit in den Vorgang ein.

Das dabei entstehende Mn^{2+} wirkt auf ein neues MnO_4^- und schafft damit ein neues Mn^{3+} usw. In dem Auf und Ab dieser Redoxydation erkennt man das „Repetierenkönnen", welches für den Katalysator kennzeichnend ist. Mn^{2+} wirkt auch beschleunigend, wie dies W. Ostwald in seiner Definition für den Katalysator verlangt. Diese Funktion wird dadurch herbeigeführt, daß an Stelle des MnO_4^--Ions das Mn^{3+}-Ion tritt. Der langsam verlaufende Vorgang der Selbstinduktion geht in den schnell verlaufenden der einfachen Redox-Induktion mit Ionen über, die nicht durch Sauerstoffatome belastet sind; der mit einem hohen Widerstand verbundene Selbstinduktionsvorgang wird durch einen solchen mit nur geringem inneren Widerstand abgelöst. Eine eigentliche Reaktionsbeschleunigung findet nicht statt. Endlich wirkt das Mn^{2+}-Ion auch lenkend und richtend, so wie es namentlich A. Mittasch zur Kennzeichnung eines Katalysators betont. Er wählt aus der Vielheit der möglichen Oxydationsvorgänge denjenigen aus, der mit der größeren elektromotorischen Kraft und dem kleineren inneren Widerstand verbunden ist.

Zusammenfassung.

Die angestellten Überlegungen und Berechnungen zeigen, daß man bei der Anwendung des Ohmschen Gesetzes und des Induktionsbegriffes und der mit ihm verbundenen Erscheinungen bei Redox-Reaktionen einiger titrimetrischer Bestimmungen zu einer enger mit dem physikalischen Vorgang verbundenen Deutung von Katalyse und Induktion gelangt. Sie ist dadurch gegeben, daß man sich der derzeitigen Auffassung des Redox-Vorganges bedient. Die Deutung des katalytischen Uraktes und des induktiven Vorganges knüpft dabei an die Erscheinung der Selbstinduktion an. Beide sind hier identisch.

Literatur.

[1] Kessler, F.: Pogg. Ann. **195**, 218 (1863). — [2] Kolthoff, I. M.: Volumetric Analysis, I, 84ff., 161ff. New York 1942. — [3] Schleicher, A.: Elektroanalytische Schnellmethoden. Stuttgart: F. Enke 1947. — [4] Schleicher, A.: diese Z. **134**, 192 (1951). — [5] Schleicher, A.: diese Z. **128**, 381 (1948); **130**, 245, 325 (1950); **133**, 135 (1951); **134**, 192 (1951). — [6] Mittasch, A., in Schwab, G. M.: Handbuch der Katalyse I, 33, 37. Wien 1941. — [7] Skrabal, A.: Z. anorg. u. allg. Chem. **42**, 1 (1904).

Prof. Dr. A. Schleicher, Aachen, Templergraben 55.

Aus dem Gärungsphysiologischen Laboratorium Alfred Jörgensen, Kopenhagen.

Bestimmung von Gesamtchrom in Abwässern.

Von

Albert Hansen.

(Eingegangen am *10. November 1951.)*

Die am häufigsten zitierten Methoden zur Bestimmung von Gesamtchrom in Abwässern beruhen auf der Oxydation des Chroms in alkalischer Flüssigkeit entweder mit Wasserstoffperoxyd[2] oder mit Natriumperoxyd[1] und abschließender Colorimetrie mit Diphenylcarbazid in saurer Lösung. Es hat sich jedoch bei unseren Untersuchungen des Chromgehalts in dänischen städtischen und Industrieabwässern erwiesen, daß diese Methoden zu niedrige Resultate ergeben. Außerdem hat die vollständige Entfernung des Oxydationsmittels aus der alkalischen Flüssigkeit sich als schwierig und leider unkontrollierbar erwiesen, welche Schwierigkeit verursachen kann, daß die Farbreaktion mit Diphenylcarbazid überhaupt nicht eintritt.

Es lag nahe, zu versuchen, die von Lichtin[3] vorgeschlagene Oxydation mit Perchlorsäure in Anwendung zu bringen, welche Methode in die amerikanischen „Standard Methods of Water Analysis", New York 1946, aufgenommen ist, aber diesbezügliche Versuche ergaben zu niedrige Resultate — selbst bei Verwendung größerer Mengen von allmählich zugesetzter Perchlorsäure und längerer Oxydationsdauer. Die sonst so vorzügliche Methode, die ursprünglich für die Bestimmung von Chrom in Chromalaun ausgearbeitet wurde, eignet sich somit nicht für Abwässer, wo die Perchlorsäure außerdem eine größere Menge organischer Stoffe oxydieren soll.

Wenn Chrom in so kleinen Mengen, wie sie hier in Rede stehen, genau bestimmt werden soll, muß man eine Methode anwenden, bei welcher die Oxydation von 3wertigem Chrom in 6wertiges Chrom glatt und sicher verläuft und bei welcher man mit einer visuell farblosen Lösung abschließt, die keine Stoffe enthält, welche die Farbreaktion unsicher machen könnten.

Von diesen Erfordernissen ausgehend, versuchten wir eine Methode auszuarbeiten, die auf Grundlage der altbekannten Schmelzung mit Natriumcarbonat und Kaliumnitrat eine quantitative Überführung von 3wertigem in 6wertiges Chrom bewirkt. Das bei der Oxydation gebildete Nitrit kann durch Kochen mit Kaliumchlorat in saurer Lösung entfernt werden. Eine nach dieser Methode vorgenommene Analyse nimmt nicht wesentlich längere Zeit in Anspruch als Analysen nach den obengenannten „Schnellmethoden".

Reagenzien:

Kaliumdichromatlösung. Man löst 0,2829 g $K_2Cr_2O_7$ in 1 l Wasser. 1 ml der Lösung enthält 0,1 mg Cr. Die Lösung wird vor der Colorimetrie mit 9 Teilen Wasser verdünnt.

Diphenylcarbazidlösung. Man löst 0,25% Diphenylcarbazid in gleichen Teilen Aceton und Wasser[4]. Diese Lösung, in einer dunklen Flasche in der Kälte aufbewahrt, ist etwa 1 Woche haltbar (farblos).

Verfahren:

In einer Nickelschale von etwa 7 cm Durchmesser dampft man 50—100 ml Abwasser auf Asbestdrahtgewebe in kleinen Portionen ein, indem man bereits der ersten Portion 1 g einer Mischung von gleichen Teilen wasserfreiem Natriumcarbonat und Kaliumnitrat zusetzt. Die letzten 5–10 ml werden am besten auf Infrarotbad abgedampft; der vollständige Abdampf aber kann auch mit Vorsicht auf Asbestdrahtgewebe durchgeführt werden. Wenn alles eingetrocknet ist, wird die Schale über freier Gasflamme erhitzt, bis alles Verpuffen vorüber und die Salzmasse vollständig geschmolzen ist. Die Schale wird dann in den elektrischen Ofen bei 500 bis 550° eingesetzt, wo sie 1 Std verbleibt. Nach vollständiger Abkühlung kocht man die Salzmasse 3mal mit je 15 ml Wasser aus und gibt die Lösung durch ein 11 cm-Filter. Es ist darauf zu achten, daß alles Lösliche von den Wänden der Schale entfernt wird, und daß das Unlösliche ein feines Pulver und nicht Flocken oder Krusten bildet. Das Filter wird 3mal mit je 5 ml Wasser ausgewaschen. Man gießt die gesamten Filtrate quantitativ in eine auf 50° erwärmte Mischung von 20 ml 1%iger Kaliumchloratlösung und 7,5 ml 4 n Schwefelsäure, kocht die Mischung 5 min, überführt die Lösung nach dem Abkühlen in ein Nessler-Glas, verdünnt mit Wasser auf 100 ml und setzt 1 ml Diphenylcarbazidlösung zu. Die Vergleichslösungen werden aus verdünnter Kaliumdichromatlösung, 5 ml 4 n Schwefelsäure und Verdünnen mit Wasser auf 100 ml hergestellt. Man liest 10 min nach dem Bereiten der Lösungen ab. Es sollten keine stärkeren Lösungen als entsprechend 0,30 mg Cr je Liter colorimetriert werden.

Die Genauigkeit geht aus untenstehenden Analysen hervor, die an chromatfreiem, unbehandeltem städtischem Abwasser mit 1—1,2 g Trockenstoff je Liter ausgeführt sind, dem man bekannte Mengen Chromisalzlösung zusetzte. Die angewandte Chromisalzlösung ist durch Reduktion der obengenannten Kaliumdichromatlösung mit Äthanol in schwefelsaurer Lösung hergestellt worden.

Zugesetztes Chrom mg/l	Gefundenes Chrom mg/l
0,05	0,05
0,10	0,09
0,15	0,14
0,20	0,20
0,25	0,25
0,30	0,30
0,35	033—0,35 (unsicher)

Es sei bemerkt, daß das Chrom oft in eventuellen Niederschlägen der Abwässer konzentriert ist, washalb in Analysebefunden immer angegeben werden sollte, ob die Analyse an filtriertem oder an unfiltriertem Abwasser ausgeführt worden ist.

Wenn man 3wertiges und 6wertiges Chrom unterscheiden will, kann ursprünglich vorkommendes 6wertiges Chrom nach GRAHAM[1] bestimmt werden. Man versetzt 100 ml Abwasser mit 1 ml 50%iger Zinksulfatlösung und 2 Tropfen 1%iger alkoholischer Phenolphthaleinlösung und läßt 10%ige NaOH-Lösung bis zu schwacher Rotfärbung eintropfen. Nach Filtration in einen 125 ml-Meßkolben und Auswaschen der Niederschläge mit 10—15 ml Wasser gibt man 5 ml 4 n Schwefelsäure zu und ergänzt mit Wasser auf 125 ml. Zur Bestimmung entnimmt man 100 ml dieser Lösung und colorimetriert wie oben beschrieben. Das Ergebnis ist mit 1,25 zu multiplizieren.

Literatur.

[1] GRAHAM: J. of the American Water Works Association **35**, 159 (1943). — [2] LAPIN, L. N., W. O. HEIN u. A. P. SORIN, Z. Hyg. **117**, 171 (1935); vgl. diese Z. **106**, 77 (1935). — [3] LICHTIN, J. J.: Ind. Chem. **2**, 126 (1930); vgl. diese Z. **84**, 448 (1931). — [4] WEISS, H. V., V. E. SILER and P. R. BUECHLER: Analytic. Chemistry **23**, 797 (1951).

Laboratoriumsdirektor ALBERT HANSEN, Kopenhagen, Frydendalsvej 30.

Berichte über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Literatur. ALWIN MITTASCH: *Döbereiner, Goethe und die Katalyse*. 62 Seiten mit 25 Abb. Hippokrates-Verlag Marquardt & Cie., Stuttgart 1951. Preis geh. DM 4,50.

Nach kurzer Darstellung von Döbereiners Lebensweg schildert der Verfasser, wie dieser Forscher über die Stärkeverzuckerung und Essigsäureherstellung zu seinen Wasserstoff-Versuchen, zu seinem Platin-Feuerzeug sowie seiner Duftlampe gelangte. Gleichzeitig wird dabei geschildert, wie Döbereiner diese Beobachtungen mündlich und schriftlich mit Goethe erörterte. Anschließend wird geprüft, wie weit die Vorstellungen Döbereiners über die Katalyse in den Schriften Goethes einen Niederschlag gefunden haben. Für jeden, der die Beziehungen großer Persönlichkeiten mit Interesse verfolgt, ist es reizvoll, sich in diese Darstellung zu vertiefen, die zugleich nach dem Wunsche des Verfassers die bereits mehrfach gewürdigten Beziehungen Goethes zur Chemie hinsichtlich der Katalyse abrundet. A. GEHRING.

R. WILLSTÄTTER: *Aus meinem Leben*. Von Arbeit, Muße und Freunden. Herausgegeben und mit einem Nachwort versehen von Arthur Stoll. Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr. Preis geb. DM 28,—.

Die Lebenserinnerungen von Richard WILLSTÄTTER sind von besonderer Bedeutung, da sie nicht nur ein sehr anschauliches Bild des Lebens von WILLSTÄTTER und seinen chemischen Forschungen geben, sondern gleichzeitig eine lebendige Schilderung des kulturellen Hintergrundes seiner Zeit miterfassen. WILLSTÄTTER hat uns hier ein sehr persönliches Buch hinterlassen. Manche seiner Darstellungen wird vielleicht von den sonstigen Beteiligten mit anderen Augen gesehen, aber diese

unmittelbare Wiedergabe des eigenen Lebens mit seinen mannigfachen Schwierigkeiten hat gerade ihren besonderen Reiz. Kapitel über Adolf von Bayer und Fritz Haber sind besonders eingefügt. Ein Hinweis auf dieses schon vor einiger Zeit erschienene Buch scheint gerade in unserer wirren Zeit um so berechtigter, als es für eine heranwachsende Generation von Chemikern wichtig ist, sich mit dem Leben und den persönlichen Schicksalen der großen Männer der Chemie zu befassen, wozu dieses Buch eine besondere Möglichkeit bietet. W. Fresenius.

Über eine colorimetrische Methode zur quantitativen Analyse binärer Legierungen berichten A. Boettcher und E. Hellwig[1] am Beispiel der Untersuchung von *Mg-Al-Legierungen*. Das Verfahren ist für solche Fälle gedacht, in denen nur eine geringe Menge Substanz zur Verfügung steht, eine spektralanalytische Bestimmung aber wegen der Zusammensetzung der Legierung (die Gewichtsanteile

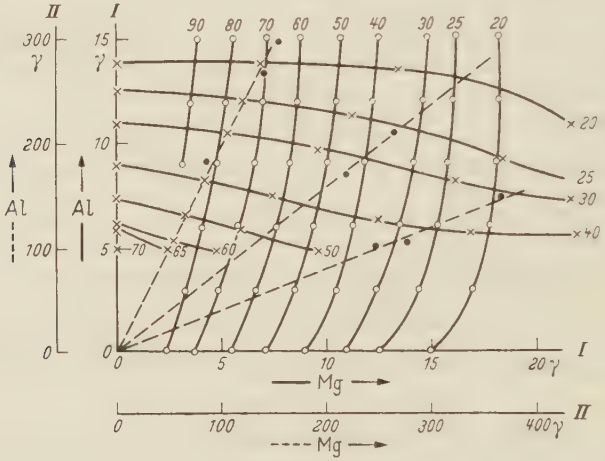

Abb. 1.

beider Komponenten sind von gleicher Größenordnung) als zu ungenau erscheint und in denen außerdem jede der beiden Komponenten die Absorption der Farbverbindung des anderen Bestandteils beeinflußt.

Für beide Metalle wurde die Extinktion der einen Komponente bei verschiedenen Zusätzen des anderen Metalles bestimmt. Als Farbreagenzien dienten für Al Eriochromcyanin[1], für Mg Titangelb[2], wobei im wesentlichen nach den bekannten Vorschriften gearbeitet wurde[2]. In keinem der beiden Fälle gilt das Lambert-Beersche Gesetz, ferner wird die Extinktion der Al-Verbindung durch Mg erhöht, während die Extinktion der Mg-Verbindung durch Al geschwächt wird. Aus den erhaltenen beiden Kurvenscharen entnimmt man für beide Farbreagenzien getrennt diejenigen Zusammensetzungen der beiden Metalle, die bei Anfärbung mit [1] bzw. [2] gleiche Extinktionen ergeben. Sie werden in ein Koordinatensystem übertragen, dessen Ordinate die Al-Menge und dessen Abszisse die Mg-Menge in μg angibt. Die zusammengehörigen Punkte ergeben untereinander verbunden die Kurven gleicher

[1] Z. anorg. und allgem. Chem. **263**, 39 (1950).

[2] Carl Zeiss, Jena: Absolutkolorimetrische Metallanalysen mit dem Pulfrich-Photometer, S. 24 und 76.

Extinktion, die Isochromaten (Abb. 1)[1]. Die ungefähr waagerecht verlaufenden Isochromaten geben die mit [1], die ungefähr senkrecht laufenden die mit [2] erhaltenen Extinktionen wieder. Die Abweichungen von den Loten, die man in den Schnittpunkten der Isochromaten mit den beiden Achsen errichten kann, geben ein Maß für die Beeinflussung der Absorption der Farbverbindungen durch das andere Metall. Auf den Koordinaten sind die für die Erzeugung der jeweiligen Extinktion nötigen Metallmengen aufgetragen. Die mit I bezeichnete Skala gehört zu den Isochromaten der schon mit 5—15 μg Metall erzeugbaren Eriochromcyanin-Färbung, die Skala II zur Titangelb-Färbung, für die 80—300 μg erforderlich sind.

Will man die Zusammensetzung einer unbekannten Gewichtsmenge einer Al-Mg-Legierung analysieren, wird *1 Teil* der gelösten Substanz mit [1] angefärbt und photometriert. Dann färbt man *20 Teile* (vgl. die Skalenmaßstäbe!) der Lösung mit [2] an und mißt einen zweiten Extinktionswert. Der Schnittpunkt der den beiden Extinktionen zugehörigen Isochromaten gibt unmittelbar die Zusammensetzung der Legierung in μg Al und Mg an. — Die Ergebnisse einiger Messungen an 3 verschiedenen Legierungen zeigt ebenfalls Abb. 1. Die erwähnten Schnittpunkte sind jeweils durch ein Dreieck markiert. Die zu einer Substanz gehörigen Meßpunkte müssen auf einer durch den Koordinatenanfang gehenden Geraden liegen (in der Abbildung gestrichelt), deren Neigung durch die prozentuale Zusammensetzung der Substanz bestimmt wird. Die Abweichung der Meßpunkte von diesen Geraden gewährt einen Maßstab für die Genauigkeit der Messungen. — Die Menge der Lösungen, die für die Analyse benötigt wird, ist so zu bemessen, daß die Meßpunkte innerhalb der von den Isochromatenscharen bedeckten Fläche liegen. Ist dies, wie in unserem Beispiel für Al-Gehalte unter 30 und über 70% nicht möglich, so kann je nach Bedarf eine bestimmte Menge Al bzw. Mg der Substanzlösung zugefügt werden. — Die zur Analyse erforderliche Mindestmenge betrug im vorliegenden Fall 0,3 mg. Die Abweichung der Ergebnisse von den nach Standardmethoden erzielten Resultaten wird mit weniger als 1% angegeben. H. Mesech.

Die Bestimmung der chemischen Reinheit führen I. W. Hughes und G. T. Young[2] durch vergleichende Messung des Dampfdruckes zweier Lösungen aus, in denen die betreffende Substanz von relativ niederem Molekulargewicht in geringem und in großem Überschuß gelöst ist. Verunreinigungen in der Größenordnung von etwa 1% oder weniger können auf diese Weise in Aminosäuren nachgewiesen werden, z. B. gelingt es, Beimengungen von weniger als 0,2% l-Asparaginsäurehydrochlorid oder α-Glutaminsäurehydrochlorid in l-Glutaminsäurehydrochlorid nachzuweisen. Der erforderliche Apparat besteht aus einem einfachen Differentialtensimeter mit Xylol als Manometerflüssigkeit. Als Lösungsmittel wird Wasser verwendet. H. Freytag.

Ein einfach anzufertigender Typ von Gasbrenner für hohe Temperaturen hat sich nach V. A. Alcise[3] für die Glühерhitzung bei Mikrosauerstoffbestimmungen, dann aber auch bei anderen Mikroverbrennungsverfahren (C, H, N) bestens bewährt. Das zum Überschieben über ein Verbrennungsrohr gedachte Gerät besteht entweder aus einem ringförmigen, blind endenden Rohrstück aus nahtlosem Nickel, das auf der Innenseite in kurzen Abständen mit feinen Bohrungen für

[1] Der von den Autoren verwendete Begriff Extinktion wurde beibehalten, obwohl statt der Extinktionswerte, zum mindesten teilweise wie bei der Kennzeichnung der Isochromaten in den Abbildungen, die Durchlässigkeitswerte eingesetzt wurden (Anm. d. Referenten).

[2] Nature **164**, 503 (1949).

[3] Analytic. Chemistry **21**, 746 (1949).

den Gasaustritt versehen ist, oder es ist, bei sonst gleichem Wirkungs- und Anwendungsprinzip, in die Form einer mehrschleifigen Spirale (ähnlich den Heizwindungen gewisser Tauchsiedertypen!) gebracht. Als Heizgas wird nach der Originalbeschreibung eine Propangas-Luft-Mischung verwendet. Abb. 1 *A* und *B*

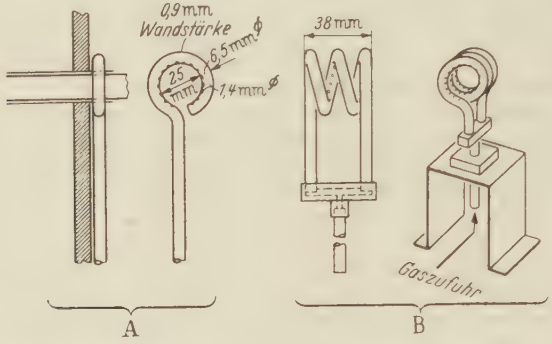

Abb. 1.
Hochtemperatur-Gasbrenner für Verbrennungsanalyse. Ringförmiger (A) und spiralförmiger Typ (B).

soll die grundsätzliche Gestaltung mit den wichtigsten Maßen veranschaulichen; bezüglich genauerer Einzelheiten ist auf das Original hinzuweisen. Bei Versuchen des Verfassers konnten Glühtemperaturen bis zu 1350° erreicht werden und ein täglich benutzter Brenner erwies sich noch nach 1 Jahr als voll gebrauchsfähig.

R. Klockmann.

II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Literatur. *Handbuch der analytischen Chemie.* Herausgegeben von W. Fresenius und G. Jander. Zweiter Teil. Qualitative Nachweisverfahren. Band VIII b β: *Elemente der achten Nebengruppe.* Platinmetalle (Platin, Palladium, Rhodium, Iridium, Ruthenium, Osmium). XIV, 251 Seiten mit 9 Abbildungen. Springer-Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg 1951. Preis DM 45,—.

Der Band ist im wesentlichen von G. Bauer bearbeitet worden, K. Ruthardt schrieb einen Anhang über die spektrochemischen Analysenmethoden. Den besonderen Verhältnissen bei den Platinmetallen Rechnung tragend werden in der Einleitung einige geschichtliche Daten sowie Angaben über Vorkommen und Gewinnung der Platinmetalle gebracht. Es folgt ein Abschnitt über die zur qualitativen Analyse der Platinmetalle erforderlichen Sondergeräte. Die chemischen Eigenschaften, Reaktionen, Nachweis- und Trennungsverfahren werden für die einzelnen Metalle gesondert behandelt. Große Schwierigkeiten macht bekanntlich die sichere Feststellung der verschiedenen Platinmetalle nebeneinander. Die hierfür in der Literatur vorgeschlagenen Analysengänge werden deshalb eingehend kritisch besprochen, im Anschluß daran wird ein bewährter Analysengang beschrieben und schließlich wird zum großen Teil aus der langjährigen Erfahrung des Verfassers heraus die Analyse praktisch vorkommender Materialien erörtert. Der Anhang über die spektrochemischen Analysenmethoden enthält nach Angaben über die Arbeitsbedingungen eine Zusammenstellung der wichtigsten für den Nachweis der einzelnen Platinmetalle verwendbaren Spektrallinien[1].

[1] Über die anderen bisher erschienenen Bände des qualitativen Teiles des Handbuches vgl. diese Z. **129**, 392 (1949).

Handbuch der analytischen Chemie. Herausgegeben von W. Fresenius und G. Jander. Dritter Teil. Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden. Springer-Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg.

Band IVb. *Elemente der vierten Nebengruppe.* Titan, Zirkon, Hafnium, Thorium. XIV, 524 Seiten mit 25 Abbildungen. 1950. Preis DM 78,—.

Band Va γ. *Elemente der fünften Hauptgruppe.* Arsen, Antimon, Wismut. XVI, 711 Seiten mit 45 Abbildungen. 1951. Preis DM 108,—.

Band VIIa α. *Elemente der siebenten Hauptgruppe.* Wasserstoff (einschließlich Wasser), Fluor. XIII, 245 Seiten mit 86 Abbildungen. 1950. Preis DM 38,—.

In Band IVb schrieb A. Claassen die Abschnitte Titan, Zirkon und Hafnium, der Thorium-Abschnitt stammt von B. Jüstel † und H. Bode. In Band Va γ verfaßte Edith Karl-Kroupa den umfangreichen Arsen-Abschnitt, die Bestimmungsmethoden von Antimon und Wismut behandelte R. Klement, von dem auch der Abschnitt Fluor im Band VIIaα herrührt. F. Hein und G. Bähr schrieben die Abschnitte Wasserstoff und Wasser. Für die metallischen Elemente und das Fluor konnten die in den anderen Bänden des Handbuches übliche Einteilung und Art der Stoffbehandlung beibehalten werden[1]. Die Literatur ist bis in die jüngste Zeit berücksichtigt. Im Abschnitt Wasserstoff nehmen die Bestimmungsmethoden des freien Elementes naturgemäß den größten Raum ein, doch wird auch die Bestimmung des gebundenen Wasserstoffs in anorganischen und organischen Verbindungen (Hydriden, Hydroxyden, festen und flüssigen Brennstoffen usw.) soweit berücksichtigt, als hierfür nicht die speziellen Methoden der organischen Elementaranalyse in Betracht kommen. Eine besondere Besprechung erfahren die Bestimmungsmethoden des „aktiven Wasserstoffs" und die Bestimmung des Deuteriums. Die Methoden zur quantitativen Bestimmung des Wassers (und des Deuteriumoxydes) finden ausführliche Berücksichtigung, wobei vor allem auf die grundsätzliche Beschreibung der verschiedenen Verfahren Wert gelegt wird, während es über den Rahmen des Handbuches hinausgehen würde, die vielen, besonderen Zwecken dienenden Ausführungsvorschriften abzudrucken.

J. H. Simons, *Fluorine Chemistry.* 1. Band. XVII, 615 Seiten. Academic Press Inc. Publishers. New York 1950. Preis $ 13,50.

Die Chemie des Fluors hat in den letzten Jahren eine außerordentliche und überraschende Entwicklung genommen: die Zahl der bekannten Fluorverbindungen ist sehr angestiegen und viele von diesen Verbindungen haben wegen ihrer eigentümlichen, bei keinem anderen Element anzutreffenden Eigenschaften eine steigende praktische Bedeutung erlangt. Das vorliegende Werk soll in zwei Bänden einen vollständigen Überblick über den gegenwärtigen Stand der Fluorchemie geben. Es ist eine Gemeinschaftsarbeit einer Reihe von Spezialisten, die jeweils das von ihnen besonders gepflegte Teilgebiet bearbeitet haben. Der 1. Band behandelt die Darstellung und die Eigenschaften des elementaren Fluors, die anorganischen und einige organische Fluorverbindungen, die theoretische Seite der Fluorchemie und die Fluorverbindungen in der Technologie des Glases und der keramischen Materialien. Für den analytischen Chemiker ist von besonderem Interesse die zusammenfassende Darstellung der analytischen Chemie des Fluors und seiner Verbindungen, die im 2. Band gebracht werden soll. Das Werk ist für jeden unentbehrlich, der auf dem Fluorgebiet arbeitet. Der Gebrauch des Werkes wird durch das sehr sorgfältig bearbeitete Namen- und Sachverzeichnis sehr erleichtert. A. Kurtenacker.

[1] Vgl. z. B. diese Z. **128**, 87 (1948); über den Band Edelgase vgl. diese Z. **130**, 426 (1949/50).

Eine Methode zur Bestimmung kleinster Mengen von Aziden gibt H. Lees[1] an. Sie beruht auf der farbschwächenden Einwirkung von Aziden bei der Bestimmung von Nitrit mit dem Griess-Ilosvay-Reagens. 0,1—0,3 μmol. Mengen von Aziden, z. B. in biologischen Flüssigkeiten, die zu einem bekannten Betrag von diazotiertem Nitrit zugefügt werden, bevor mit α-Naphthylamin gekuppelt wird, ergeben eine stöchiometrische Farbschwächung, die man im Absorptiometer in 4 cm (25 ml)-Zelle in üblicher Weise mißt. H. Zellner.

Zur titrimetrischen Bestimmung von Nitrat geben Z. G. Szabó und L. Bartha[2] die genaue Ausführungsvorschrift für ihr in einer vorläufigen Mitteilung kurz behandeltes Verfahren an[3].

Die Einwaage der Probe mit bis zu 20 mg NO_3 in einem 200 ml-Kolben verdünnt man mit Wasser auf etwa 80 ml, pipettiert 10 ml carbonatfreie 30%ige Natronlauge hinzu und erhitzt auf dem Asbestnetz. Nach 5—6 min langem Kochen trägt man 10 ml Silberdiamminsulfatlösung ein sowie 10 ml Eisenlösung, die durch Lösen von 190 g krystallisiertem Eisen(II)-ammoniumsulfat und 40 ml konzentrierter Schwefelsäure mit 600 ml ausgekochtem kalten Wasser, schnelles Filtrieren und Auffüllen auf 1 l hergestellt wurde. (Die Silberdiamminsulfatlösung bereitet man durch Eingießen einer konzentrierten Lösung von 5 g Silbernitrat in 8—10 ml heiße 30%ige Schwefelsäure; nach dem Abkühlen wäscht man den Niederschlag 4—5mal mit kaltem Wasser und bereitet eine bei Raumtemperatur gesättigte Lösung, von der 100 ml mit 15 ml Ammoniak versetzt werden; der Komplex ist nur 2—3 Wochen beständig.) Auf den Reaktionskolben setzt man ein Verlängerungsrohr von 20—25 cm Länge und 1 cm Durchmesser auf. Nach Bildung eines schwarzen Niederschlags kocht man 10—15 min weiter, bis rotes Lackmus sich nicht mehr ändert. Dann trägt man durch das Verlängerungsrohr vorsichtig 40 ml 30%ige Schwefelsäure ein, so daß das Kochen weder aufhört noch zu stürmisch wird. Nach völlig klar gewordener und erkalteter Lösung nimmt man das Verlängerungsrohr ab, spült ab und stülpt über den Kolben ein umgekehrtes Becherglas. Das unoxydierte Eisensulfat titriert man dann mit 0,1 n Permanganatlösung zurück. — Bei Anwesenheit reduzierbarer störender Kationen wendet man eine geänderte Reihenfolge im Zusatz an: Entsprechende Menge von Alkalihydroxyd-Kochen-Eisen(II)-sulfat-Nitrat-Katalysator. Im allgemeinen werden störende Substanzen zuvor durch Soda, Blei durch Ammoniumcarbonat entfernt, Arsenik und Zinn(II) werden durch Peroxyd oxydiert; Anionen werden durch Bariumchlorid oder Silbersulfat gefällt, Chlorat durch Sulfit reduziert. H. Zellner.

Über die Bestimmungsmethoden des Gehaltes von Hypochloritlaugen nach Bunsen, Pénot und Gay-Lunac haben A. Lassieur und D. Jouslin[4] vergleichende Untersuchungen angestellt. Bei der Methode von Bunsen stört neben dem hohen KJ-Preis der Umstand, daß auch die stets vorhandenen Chlorate mit Jodwasserstoff reagieren. Bei der Methode von Pénot titriert man die alkalische Hypochloritlösung mit Natriumarsenit und bestimmt den Endpunkt durch Tüpfeln auf Kaliumjodidstärkepapier. Dieses Verfahren liefert die genauesten Resultate, eignet sich aber wegen der schwierigeren Durchführung weniger für Betriebskontrollen. Beim Titrieren nach Gay-Lussac, wobei man die Hypochloritlösung in salzsaure arsenige Säure fließen läßt, wird der Indicator (Helianthin) durch eine induzierte Reaktion im Laufe der Titration zerstört. Das Titrationsergebnis hängt von der Menge des zugesetzten Indicators ab. Verwendet man auf 10 ml Lösung

[1] Biochemic. J. **47** (Proc.) XLIV (1950).
[2] Analytica Chimica Acta (Amsterdam) **5**, 33 (1951).
[3] Nature (Lond.) **166**, 309 (1950); vgl. diese Z. **133**, 368 (1951).
[4] Chim. anal. **33**, 45 (1951).

12 Tropfen 0,2%iger Helianthin-Lösung, so stimmen die erhaltenen Werte mit den Titrationsergebnissen nach Pénot überein. Statt mit einem Farbstoffindicator zu arbeiten, kann man der Lösung auch KBr zusetzen und bis zum Auftreten von brauner Bromfarbung titrieren. Der Bromüberschuß kann durch das Reagens von Denigès (fuchsinschweflige Säure) deutlicher sichtbar gemacht werden, doch darf man das Reagens nicht während der Titration zusetzen, weil die Violettfärbung durch intermediär auftretendes Brom nicht mehr zurückgeht. Anwesendes Chlorit veranlaßt bei Anwendung von Farbstoffindicator viel zu hohe Werte, beim Arbeiten mit KBr stört ClO_2^- fast gar nicht. Auf die Methode von Pénot hat Chlorit keinen Einfluß. Die Differenz zwischen den nach Pénot und nach Gay-Lussac (mit Helianthin) erhaltenen Werten ergibt angenähert den Chloritgehalt. A. Eichler.

Zur Bestimmung des Gehaltes an Kaliumferrat von reinen oder mit $Fe(OH)_3$ verunreinigten Präparaten geben J. M. Schreyer, G. W. Thompson und L. T. Ockerman zwei Verfahren an. Das erste Verfahren[1] beruht auf der Umsetzung mit Arsenit in stark alkalischer Lösung: $2\ FeO_4^{--} + 3\ AsO_3^{3-} + 5\ H_2O = 2\ Fe(OH)_3 + 3\ AsO_4^{3-} + 4\ OH^-$ und Rücktitration des Arsenitüberschusses mit Bromat- oder besser mit Cer(IV)-sulfatlösung. Das zweite Verfahren[2] verwendet die Oxydation von Chromit zu Chromat: $FeO_4^{--} + Cr(OH)_4^- = Fe(OH)_3 + CrO_4^{--} + OH^-$ und Titration des entstandenen Chromates mit Eisen(II)-salzlösung. Dieses Verfahren eignet sich auch für Lösungen mit kleinem Ferratgehalt. Die Umsetzung mit Chromit erfolgt zweckmäßig in Lösungen, die 11—12 molar in bezug auf Hydroxyl-Ion sind.

Ausführung der Chromitmethode: Kurz vor der Analyse bereitet man eine frische Chromitlösung durch Versetzen von 3—5 ml Chrom(III)-chloridlösung (25 g Hexahydrat in 150 ml Wasser gelöst) mit 20 ml gesättigter, von reduzierenden Stoffen freier Natronlauge (500 ml gesattigte Lauge mit einem Zusatz von 0,05 g Kaliumferrat werden bis zu dessen vollständiger Zerstörung gekocht) und 5 ml Wasser und kühlt. Zu der so vorbereiteten Chromlösung in einer Flasche fügt man vorsichtig die Einwaage von 0,15—0,20 g Kaliumferrat, ohne daß die Wandung damit in Berührung kommt. Zur vollständigen Lösung, die nötig ist, um Fehler zu vermeiden, schüttelt man kräftig. Dann fügt man 150 ml destilliertes Wasser hinzu und säuert mit 60—70 ml Schwefelsäure (1 : 5) sowie 15 ml Gemisch Schwefelsäure-Phosphorsäure an (240 ml Wasser vermischt man mit 60 ml konzentrierter Schwefelsäure und 150 ml 85%iger Phosphorsäure). Unmittelbar darauf titriert man in bekannter Art mit ungefähr 0,085 n Lösung von Mohrschem Salz unter Verwendung von Diphenylaminsulfonat als Indicator. H. Zellner.

III. Chemische Analyse organischer Stoffe.

Literatur. Paul Karrer: *Lehrbuch der organischen Chemie*. 11. verbesserte Auflage. XX, 1082 Seiten mit 6 Abb. Georg Thieme-Verlag, Stuttgart 1950. Ganzleinen 45,— DM.

Der Auflage vom Jahre 1947 des bekannten, 1927 zum erstenmal erschienenen Lehrbuches[3] ist rasch die 11. Auflage gefolgt, welche die neue Literatur bis etwa Ende 1948 berücksichtigt. Verschiedene Abschnitte haben eine stärkere Umarbeitung erfahren. Die Darstellung des umfangreichen Stoffes ist wieder in klarer, übersichtlicher Weise durch die bewährte Unterteilung in aliphatische, carbocyclische und heterocyclische Verbindungen erfolgt.

[1] Analytic. Chemistry **22** 691 (1950).

[2] Analytic. Chemistry **22**, 1426 (1950).

[3] Besprechungen früherer Auflagen vgl. diese Z. **94**, 277 (1933); **104**, 144 (1936).

Das erste Kapitel bringt eine Einführung in das Gebiet der qualitativen und der quantitativen Elementaranalyse sowie die Strukturlehre der organischen Verbindungen. Weitere theoretische Grundlagen wie die Isomerie und die elektronentheoretische Auffassung der Kohlenstoffbindung sind eingehend an geeigneten Stellen des systematischen Teils dargestellt. Im vierten Teil sind die organischen Verbindungen mit isotopen Elementen, hauptsächlich die Anwendung, Darstellung und Eigenschaften der organischen Verbindungen mit schwerem Wasserstoff und mit schwerem Sauerstoff sowie der Verbindungen der Kohlen- und Stickstoff-Isotopen aufgenommen.

Nicht unerwähnt sollen die als Anhang dem Werk beigegebenen Tabellen wie die Zusammenstellung der im Steinkohlenteer nachgewiesenen Verbindungen und der Überblick über die Handelsnamen, die chemische Zusammensetzung und die Anwendung der bekanntesten Kunststoffe bleiben.

Das schon immer beliebte Werk wird durch seine Neubearbeitung als ein modernes, umfangreiches Lehrbuch nicht nur von den Studierenden der Chemie und der Medizin, sondern auch von dem Chemiker noch mehr geschätzt werden. W. Dick.

E. Waldschmidt-Leitz: *Chemie der Eiweißkörper.* (Heft 49, Neue Folge, der Sammlung chemischer und chemisch-technischer Vorträge, herausgegeben von R. Pummerer.) VII, 187 Seiten. Verlag Ferdinand Enke, Stuttgart 1950. Preis geb. 14,40 DM.

Im Hinblick auf die zahlreichen neuen Arbeiten auf dem Eiweißgebiet, insbesondere auf die Möglichkeit, durch chromatographische Verfahren die Kenntnis über die Zusammensetzung von natürlichen Eiweißstoffen wesentlich zu verbessern, ist es sehr zu begrüßen, daß in dem vorliegenden Buch ein allgemeiner Überblick über den derzeitigen Stand der Chemie der Eiweißkörper gegeben wird. In den einzelnen Kapiteln werden zunächst die Aminosäuren und die Peptide, dann die Eigenschaften und Abbaureaktionen der Proteide sowie allgemeine Fragen der Eiweißstruktur besprochen. Abschließend erfolgt die Besprechung einer Reihe von Proteinen. Bei der vorliegenden Zusammenstellung ist vor allem die neue Literatur bis Ende 1948 berücksichtigt worden. Auf analytische Verfahren ist an den verschiedenen Stellen hingewiesen worden, wenn der Verfasser auch ganz bewußt z. B. auf die Methoden und Ergebnisse der Chromatographie nicht näher eingeht. Für jeden, der von der analytischen Seite her auf diesem Gebiet Untersuchungen durchführt, ist es wertvoll, daß er sich durch diese klare und gedrängte Übersicht rasch einen guten Überblick über den derzeitigen Stand der Eiweißforschung verschaffen kann. W. Fresenius.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Die mikroskopische Identifizierung von organischen Verbindungen behandelt John Mitchell jr.[1] an Hand von Beispielen und der einschlägigen Literatur sehr eingehend. Die Bedeutung der optischen Eigenschaften, die quantitative Analyse einiger binärer homologer Gemische und der zum mikroskopischen Nachweis organischer Verbindungen geeigneten Derivate, z. B. bei den Glykolen nach ihrer Spaltung und Oxydation mit $NaJO_4$, werden ausführlich besprochen[2]. H. Freytag.

Über die Bestimmung von Äthylenoxyd auf acidimetrischem Wege bestehen in der Literatur Meinungsverschiedenheiten, die S. A. Miller und N. E. Williams[3]

[1] Analytic. Chemistry **21**, 448 (1949).

[2] Vgl. dazu L. u. A. Kofler, „Mikromethoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe und Stoffgemische", Innsbruck, Universitätsverlag Wagner, 1948.

[3] Analyst (Lond.) **76**, 226 (1951).

zu einer neuen Überprüfung des Verfahrens veranlaßten. Das Verfahren beruht auf der Umsetzung des Äthylenoxyds mit Salzsäure in Gegenwart hoher Chlor-Ionenkonzentration und Rücktitration der unverbrauchten freien Säure. W. DECKERT[1] arbeitete in einer mit NaCl gesättigten Lösung, in der man aber nach O. F. LUBATTI[2] nur 90% des Äthylenoxyds erfassen kann. LUBATTI und andere benutzten deshalb konzentrierte $CaCl_2$- oder $MgCl_2$-Lösungen, die höhere Chlor-Ionenkonzentration besitzen. Aber auch die mit diesen Lösungen erzielten Resultate sind nicht einheitlich. MILLER und WILLIAMS verwenden ein Calciumchloridreagens mit 690 g $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ und 100 ml 10 n Salzsäure im Liter und ein Magnesiumchloridreagens mit 950 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ und 100 ml 10 n Salzsäure im Liter. Jede von den Lösungen enthält 35—37 g Chlor-Ion in 100 ml. Eine Ampulle mit 3—4 g Äthylenoxyd wird im verschlossenen Kolben, der 200 ml Reagens (100% Überschuß) enthält, zertrümmert. Man läßt 30 min stehen und titriert dann den Säureüberschuß mit Alkalilauge gegen einen Methylrot-Methylenblaumischindicator zurück. – Die Versuche ergaben, daß mit Magnesiumchlorid sehr genaue Resultate erhalten werden, aber nur dann, wenn es sich um analysenreines $MgCl_2$ handelt. Dies stimmt mit dem Befund von F. W. KERCKOW[3] überein. Mit $CaCl_2$ liegen die Resultate unabhängig vom Reinheitsgrad des Salzes bei 99%. Mit dem Faktor 1,01 erzielt man eine Genauigkeit von ± 0,3%. Mit sinkender Chlor-Ionenkonzentration werden die Ergebnisse rasch zu niedrig. H. FREYTAG.

Ein Verfahren zur Schnellbestimmung von Acetaldehyd durch Oxydation mit H_2O_2 teilen P. KIRJAKKA und P. PIHA[4] mit. C. L. LINDEKEN und Mitarb.[5] verwendeten bereits die H_2O_2-Oxydation zur Bestimmung von Acetaldehyd in Äthylacetat. KIRJAKKA und PIHA fanden, daß die Oxydation nur 10 min benötigt, wenn H_2O_2 im Überschuß verwendet wird. Ausführung: Wenn die zu untersuchende Lösung mehr als 1—5 Milliäquivalente Acetaldehyd in 5 ml enthält, wird sie in einem Meßkolben entsprechend verdünnt; von dieser Stammlösung pipettiert man 5 ml in einen 500 ml-ERLENMEYER-Kolben, in dem sich dest. Wasser und überschüssige 0,1 n Lauge befinden. Danach versetzt man rasch mit 5 ml 30%igem Perhydrol. Das Gesamtvolumen soll etwa 130 ml betragen. Der Kolben wird verschlossen 5 min im Wasserbad bei 65° C gehalten. Dann läßt man 5 min stehen, kühlt 2 min in fließendem Leitungswasser und titriert mit 0,1 n Salzsäure gegen Phenolphthalein als Indicator.

Die Methode eignet sich auch zur Bestimmung von Formaldehyd und zur Gesamtbestimmung von Form- und Acetaldehyd in einem Gemisch. H. FREYTAG.

Über die Anwendung der Jodoformreaktion in der Analyse einiger organischer Verbindungen berichten V. S. ESAFOV und N. M. STAFEEVA[6]. Alle α,β-ungesättigten Ketone und die ihnen entsprechenden β-Ketole geben eine positive Jodoformreaktion. Die Ketole enthalten zwar keine CH_3CO-Gruppe im Molekül, sie zerfallen aber bei der Hydrolyse in Acetaldehyd oder gesättigtes Methylketon. Die Anwendung der Jodoformreaktion kann nur zur qualitativen Bestimmung der angegebenen Verbindungen dienen, bei der quantitativen Bestimmung werden zu hohe (bis 180%) Resultate erhalten, da bei der Hydrolyse 2 Moleküle gesättigtes Methylketon oder Acetaldehyd und Methylketon oder Aldehyd und Methylketon gebildet werden und

[1] Diese Z. **82**, 297 (1930).
[2] J. Soc. Chem. Ind. **51**, 361 T (1932); vgl. diese Z. **96**, 461 (1934).
[3] Diese Z. **108**, 249 (1937).
[4] Suomen Kemistil., Ser. B. **24**, 1 (1951).
[5] Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. **16**, 734 (1944).
[6] Ž. anal. Chim. **6**, 195 (1951) [Russisch].

dadurch der tatsächliche Jodverbrauch den Wert von 3 J_2 übersteigt. Die Jodoformreaktion wird nach J. Messinger[1] durchgeführt. Man gibt zu 25 ml 0,1 n wäßriger Jodlösung 10 ml der zu untersuchenden Lösung von α,β-ungesättigtem Keton oder β-Ketol und läßt nach Zugabe von 25 ml Natronlauge 15 sec bis 15 min stehen. Die Reaktion wird nach einer bestimmten Zeit durch Zugabe von 26 ml Salzsäure unterbrochen und das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n Thiosulfatlösung titriert. Parallel wird ein Blindversuch durchgeführt. A. Trofimow

Eine colorimetrische Bestimmungsmethode der Pikrinsäure in Pikraten organischer Basen geben R. Stöhr und F. Scheibl[2] in Anlehnung an die Benedictsche Methode der Blutzuckerbestimmung[3] an. Sie reduzieren die Pikrate mit Glucose in alkalischer Lösung zu roter Pikraminsäure, die man colorimetrisch mit Standardpikraminsäure vergleicht. Hat man ein reines Pikrat einer organischen Base untersucht, so läßt sich nach Abzug des Pikrinsäuregehaltes das Molekular- bzw. Äquivalentgewicht der Base einfach berechnen.

In einem Reagensgläschen mit einer Marke bei 12,5 ml versetzt man eine Probemenge, die 0,5–2,5 mg Pikrinsäure entspricht, mit 1 ml 20%iger Lösung von wasserfreiem Na_2CO_3 bzw. 1%iger Natronlauge unter schwachem Erwärmen und gibt 5 ml 0,6%ige Glucoselösung und 5 ml Wasser hinzu. Man erhitzt dann das Röhrchen bei außen und innen gleicher Niveauhöhe im kochenden Wasserbad 10 min lang, kühlt, füllt auf 12,5 ml auf und mißt im Colorimeter im Vergleich mit Standardpikraminsäurelösungen. Die Standardlösungen bereitet man aus 5 ml 0,6%iger Glucoselösung, 5 ml Wasser, 1 ml 20%iger Sodalösung bzw. 1%iger Lauge, die man nach Erhitzen und Kühlen mit 1 ml 0,1%iger Pikraminsäurelösung versetzt und auf 12,5 ml auffüllt. H. Zellner.

Zur Analyse der Systeme Milchsäure-Methyllactat entwickelten R. A. Troupe und K. A. Kobe[4] ein Verfahren, welches das Vorhandensein der Milchsäure in monomerer und polymerer Form berücksichtigt. Die beiden Formen werden als Funktion der Zeit und der titrierbaren Acidität bestimmt. Da das Verfahren nur für besondere Untersuchungen von Interesse ist, kann wegen aller Einzelheiten auf die Originalarbeit verwiesen werden. A. Grohmann.

Zur Bestimmung von Furfurol in Anwendung auf die Ermittlung von Pentosen und Pentosanen verbesserten L. Brissand und G. Perriot[5] die Methode von A. Noll, F. Bolz und W. Belz[6]. Diese Methode beruht auf der Überführung des Furfurols mit Hydroxylaminhydrochlorid in ein Oxim unter Freisetzung eines Mols Salzsäure, das man mit Lauge titriert. Bei der Bestimmung der Pentosane hydrolysiert man diese mit Salzsäure. Die Zunahme der HCl-Konzentration durch die $NH_2OH \cdot HCl$-Reaktion ist dann verhältnismäßig klein, so daß die Bestimmung ungenau wird. Brissand und Perriot konstruierten nun einen Destillationsapparat, in welchem es möglich ist, das Furfurol zu entfernen, ohne daß wesentliche Salzsäuremengen in das Destillat übergehen.

Zersetzung der Pentosane: Die Einwaage wird im Kolben mit 120 ml Salzsäure (132 g/L) langsam zum Sieden gebracht und in der Destillationsapparatur mit einer Geschwindigkeit von 20 ml/5 min destilliert. Jede abdestillierte Fraktion

[1] Ber. dtsch. chem. Ges. **21**, 3366 (1888); vgl. diese Z. **29**, 696 (1890).
[2] Mikrochemie und Mikrochim. Acta (Wien) **36/37**, 362 (1951).
[3] J. of Biol. Chem. **34**, 203 (1918); vgl. diese Z. **68**, 320 (1926).
[4] Analytic. Chemistry **22**, 545 (1950).
[5] Chim. anal. **32**, 241 (1950).
[6] Papier-Fabr. **28**, 565 (1930); **29**, 33 (1931); vgl. diese Z. **92**, 306 (1933).

ersetzt man langsam, um das Sieden nicht zu unterbrechen, mit 20 ml der gleichen Salzsäure und destilliert so im ganzen 200 ml ab. In Vorbereitung der zweiten Destillation wäscht man alle Spuren Säure der ersten mit Wasser ab, gibt die 200 ml in den Kolben, bringt langsam zum Sieden und destilliert mit der Geschwindigkeit 20 ml/10 min. Hierbei ersetzt man jede 20 ml-Fraktion durch ebenso viel Wasser, das aus dem angegebenen Grunde vorsichtig zuzufügen ist. So gewinnt man ein das Furfurol enthaltendes 100 ml-Destillat.

Furfurol-Bestimmung: 100 ml destilliertes Wasser werden in einem ERLENMEYER-Kolben mit 5 Tropfen 0,02%iger Bromphenolblaulösung versetzt. In einem ebenso großen Kolben fügt man zum 100 ml-Destillat gleichfalls 5 Tropfen dieses Indicators und titriert mit 0,1 n Natronlauge bis zur Indicatorvergleichsfärbung. Hierauf versetzt man Vergleichs- und Hauptlösung mit je 10 ml einer Lösung, die 34,75 g Hydroxylaminchlorhydrat auf 100 ml Wasser und 900 ml 95%iges Äthanol enthält. Man läßt 20 min reagieren und titriert dann mit 0,1 n Natronlauge auf die Vergleichsfärbung. Unter der Annahme, daß bei Xylanen 85% Furfurol abgespalten werden, berechnet man die Prozente Xylan. Vergleiche dieser Methode mit dem Bromat- und Dinitrophenylhydrazin-Verfahren zeigten sehr gute Übereinstimmung der Werte. H. FREYTAG.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel und Gesundheitspflege bezügliche.

Literatur. H. STETTER: *Enzymatische Analyse*. 210 Seiten mit 8 Abbildungen und 1 Tabelle. Verlag Chemie GmbH., Weinheim/Bergstr. 1951. Preis Ganzleinen 17.50 DM.

In den letzten Jahren hat sich das Interesse in stärkerem Maße den enzymatischen Verfahren bei der Durchführung von Analysen zugewandt und so ist es sehr zu begrüßen, daß eine zusammenfassende Darstellung „Enzymatische Analyse" von H. STETTER erschienen ist. Der Autor hat bewußt sein Gebiet auf die Anwendung isolierter Fermente begrenzt und diese Abgrenzung erscheint sachlich durchaus zweckmäßig.

Im 1. Teil wird die substratspezifische enzymatische Analyse behandelt, d. h. praktisch im wesentlichen die Anwendung bestimmter Esterasen, Carbohydrasen, Amidasen usw., wobei die Fermente die eigentliche Grundlage der Analyse bilden und die bewirkten Veränderungen dann meistens mit Hilfe bekannter Analysenmethoden ausgewertet werden. Hier finden sich z. B. Verfahren zur Bestimmung der Co-Carboxylasen neben Vitamin B_1, Methoden zur Harnstoffbestimmung mit Hilfe des enzymatisch gebildeten Ammoniaks, Bestimmung der Verdaulichkeit eiweißhaltiger Nahrungsmittel, Anwendung von Pepsin. Für eine ganze Reihe von Bestimmungen sind Ausführungsbestimmungen angegeben, bei denen neben der Methodik auch die notwendigen Reagenzien angegeben sind.

In einem 2. Abschnitt „Enzymatische Effektoranalyse" sind Verfahren zusammengefaßt, bei denen die Wirkung eines Enzyms durch die zu bestimmende Substanz verändert wird. Als Beispiel sei auf die Fluorbestimmung von STETTER hingewiesen, die sich in jüngster Zeit in der Praxis durchaus bewährt hat.

Im 3. Abschnitt werden Fermente als Indicatoren behandelt. Insbesondere handelt es sich hier um Verfahren aus der Lebensmittelchemie, z. B. Nachweis der Milcherhitzung, Nachweis von Blut- und Eiterzellen auf Grund ihres Katalasegehaltes.

In einem letzten Abschnitt erfolgt in sehr kurz gefaßter Darstellungsform eine „Darstellung einiger zur enzymatischen Analyse benötigter Fermentpräparate".

Beim Durchsehen des Buches erscheint bemerkenswert, wie viele der hier angewandten Methoden auch heute schon durchaus in der Praxis üblich sind und es ist sehr zu hoffen, daß die hier vorliegende Zusammenstellung mit sorgfältigen Literaturangaben des weit verstreuten Materials dazu beitragen wird, die Arbeiten auf diesem Gebiet weiterhin zu fördern.

F. Gstirner: *Chemisch-physikalische Vitaminbestimmungs-Methoden für das chemische, physiologische und klinische Laboratorium.* Vierte neubearbeitete Auflage. XII, 268 Seiten mit 27 Tabellen und 42 Abbildungen. Verlag Ferdinand Enke, Stuttgart 1951. Preis geb. 26,80 DM.

Das Laboratoriumsbuch von Gstirner hat schon in seinen ersten zwei Auflagen[1] viele wertvolle Dienste bei der Durchführung von Vitaminbestimmungen geleistet. Die neue Auflage ist durch Aufnahme einer Anzahl weiterer Verfahren ergänzt worden, so z. B. durch die Bestimmungsmethoden für Vitamin B_6, Paraaminobenzoesäure und für Vitamin K. Außerdem ist eine große Zahl neuerer Arbeiten in verschiedenen Kapiteln des Werkes zusätzlich berücksichtigt worden. Der Verfasser hat mit Absicht die mikrobiologischen Verfahren nicht mit in das Buch aufgenommen. Diese Entscheidung ist eigentlich zu bedauern, da diese Methoden ja noch zu den Laboratoriumsmethoden gehören und vielfach eine gleichzeitige Anwendung grundsätzlich verschiedenartiger Methoden gerade auf dem Vitamingebiet erforderlich ist. Die große Zahl von Arbeiten zur Bestimmung von Vitaminen, die einander in den Ergebnissen häufig widersprechen, erschweren eine zuverlässige Bewertung der verschiedenen Methoden außerordentlich und es fragt sich, ob man nicht auch auf diesem Gebiet auf Grund von Gemeinschaftsarbeiten zu gewissen Standard- bzw. Einheitsmethoden kommen sollte. Für alle Laboratorien, die Vitaminbestimmungen durchführen, ist es sehr wertvoll, die neu überarbeitete Auflage des „Gstirner" für die eigenen Arbeiten wieder zur Verfügung zu haben.

A. Beythien: *Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker.* 6., ergänzte Auflage. XXIV, 667 Seiten mit 15 Abbildungen und zahlreichen Tabellen. Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig 1951. Preis geb. 35,— DM; br. 32,— DM.

Die 6. Auflage des „Laboratoriumsbuches für den Lebensmittelchemiker" ist von A. Beythien noch kurz vor seinem Tode vollendet worden und die Durchsicht des Buches zeigt erneut, mit welcher Sorgfalt auch in dieser Auflage wieder Ergänzungen vorgenommen sind. So ist z. B. ein neuer Abschnitt über synthetische Fette eingefügt worden und vor allem ist auf die vielfachen Ergänzungen der rechtlichen Vorschriften hinzuweisen. Für den Benutzer dieses Werkes ist es besonders wertvoll, daß er immer wieder erkennt, wie sich die große praktische Erfahrung des Autors in diesem Buche widerspiegelt. Im Anschluß an die früheren Besprechungen an dieser Stelle[2] ist wohl die Auffassung berechtigt, daß sich der Autor gerade mit diesem Werk ein besonderes Denkmal gesetzt hat. Es gibt wohl kaum einen Lebensmittelchemiker, der einen solchen tiefgehenden Überblick über alle Gebiete mit kritischer Betrachtung verbindet und es wird eine nicht leichte Aufgabe sein, dieses Buch im Sinne Beythiens weiterzuführen und gleichzeitig die neuen Erkenntnisse einzuarbeiten.

E. Vollhase u. E. Thymian: *Ausgewählte Verfahren zur Untersuchung von Lebensmitteln und Bedarfsgegenständen.* VII, 716 Seiten mit 33 Abbildungen. Verlag Gustav Fischer, Jena 1951. Preis geb. 30,— DM.

Die Verfasser wollen mit ihrem neuen Buch einen Grundstein legen für die amtliche Herausgabe von chemischen Einheitsverfahren für die praktische Durch-

[1] Vgl. diese Z. **117**, 76 (1939); **120**, 354 (1940).

[2] Vgl. diese Z. **84**, 140 (1931); **118**, 132 (1939/40); **125**, 457 (1943); **128**, 92 (1948).

führung der Lebensmittelkontrollen. In einem ersten kurzen Abschnitt werden die Probenahmen besprochen, in dem in 33 Unterabschnitte geteilten 2. Teil „Untersuchungsverfahren" werden in der üblichen Reihenfolge Untersuchungsverfahren für die einzelnen Gruppen von Lebensmitteln einschließlich der Bedarfsgegenstände und des Gaststättenessens zusammengestellt. Hinweise zur Beurteilung schließen einen Teil der Kapitel ab. Diesen Teilen sind Angaben über Reagenzien und Lösungen sowie umfangreiche Tabellen zur Auswertung der Lebensmittelanalysen angefügt.

Eine kritische Durchsicht des Buches führt zu der Auffassung, daß amtliche Einheitsverfahren bei der außerordentlichen Vielgestaltigkeit der Entwicklungen heute nur noch von einem Fachgremium für ein bestimmtes, eng umrissenes Arbeitsgebiet aufgestellt werden können. Die zum größten Teil übernommenen amtlichen Verfahren der Weinkontrollen oder der Fleischuntersuchungen bzw. Einheitsmethoden für die Wasseruntersuchung geben ein entsprechendes Beispiel, zumal bekannt ist, daß gerade diese Methoden zur Zeit neu überarbeitet werden. Es erscheint bei dem vorliegenden Buch erforderlich, in einem stärkeren Maße moderne Verfahren auszuwählen, z. B. bei den Vitamin-Bestimmungsmethoden. Insbesondere sollten physikalisch-chemische Verfahren angewandt werden; so hat die Chromatographie bereits eine wesentliche Bedeutung für die Lebensmittelanalyse erlangt.

Ferner sei darauf hingewiesen, daß bei einer Vitamin-Tabelle, die im Jahre 1951 erscheint, Angaben in mg bzw. μg gefordert werden müssen. Außerdem ist eine gemeinsame Betrachtung der verschiedenen Vitamine der B-Gruppen in einer Tabellenspalte nicht möglich.

Ungeachtet all der Wünsche für eine künftige Auflage wird das Buch für alle diejenigen, die über keine ausreichende Bibliothek mehr auf dem Lebensmitteluntersuchungsgebiet verfügen, sicher eine wertvolle Hilfe sein.

R. Griessbach: *Austausch-Adsorbentien in der Lebensmittelindustrie.* 100 Seiten mit einer Ausschlagtafel. Verlag von Johann Ambrosius Barth, Leipzig 1949. Preis brosch. 3,60 DM.

Das Buch gibt einen interessanten Überblick über die Anwendung der Austauschadsorption in den verschiedensten Zweigen der Lebensmittelindustrie unter gleichzeitiger Berücksichtigung der im Laboratorium angewendeten Verfahren.

In einem einleitenden Kapitel wird zunächst auf den Unterschied zwischen Allgemeinadsorption und Austauschadsorption hingewiesen. Das Hauptkapitel des Buches beschäftigt sich mit den verschiedenen in der Rübenzuckerindustrie angewandten Silicataustauschern, sauren Kohlen und Harzaustauschern. Insbesondere wird auch über verschiedene Versuchsarbeiten der IG.-Farbenindustrie (Wolfen) mit verschiedenen Zuckerfabriken berichtet. In den folgenden Abschnitten wird dann unter anderem auf die Anwendung von Adsorbentien zur Trennung von Vitaminen, Pektinen, Bausteinen der Eiweißkörper hingewiesen. In dem letzten Abschnitt sind Erfahrungen aus der Getränkeindustrie zusammengefaßt. Hierbei sei insbesondere auf die Möglichkeit der Veränderung der mineralischen Zusammensetzung der Kuhmilch durch Basenaustauscher hingewiesen. Es werden weiter die Möglichkeiten besprochen, mit Hilfe des Wofatitverfahrens Brauwässer so umzuarbeiten, daß die jeweils gewünschte Zusammensetzung der Mineralstoffe im Wasser erzielt wird. W. Fresenius.

Auf die Gefahr der Verwendung von peroxydhaltigem Äther bei Analysen von Fetten macht J. Terrier[1] aufmerksam. Es sind nicht allein die Gefahren einer Explosion, die einen solchen Äther als ungeeignet verwerfen lassen, sondern der Verfasser konnte zeigen, daß die Werte, die mit peroxydhaltigem Äther gewonnen

[1] Mitt. Lebensmittelunters. **40**, 245 (1949).

werden, sich nicht unwesentlich von denen, die mit gereinigtem Äther durchgeführt wurden, unterscheiden. Bei Extraktion von reinem Fett wurde mit reinem Äther 3,9640 an extrahierter Substanz, bei peroxydhaltigem Äther 4,0130 gefunden. Zur Verhinderung von Oxydationen schlägt der Verfasser vor, dem Äther 2 mg Diphenylamin pro 1000 ml Äther zuzusetzen. E. Baertich.

Zur Theobrominbestimmung in Kakaoprodukten schlagt K. E. Holmes[1] ein neues und verbessertes Verfahren vor. Danach wird das Kakaomaterial mit siedendem Wasser und MgO extrahiert, der Auszug mit Bleiacetat geklärt und nach dem Filtrieren mit Chloroform ausgezogen. Der Alkaloidrückstand aus der Chloroformlösung wird nach H. Boie[2] weiter behandelt.

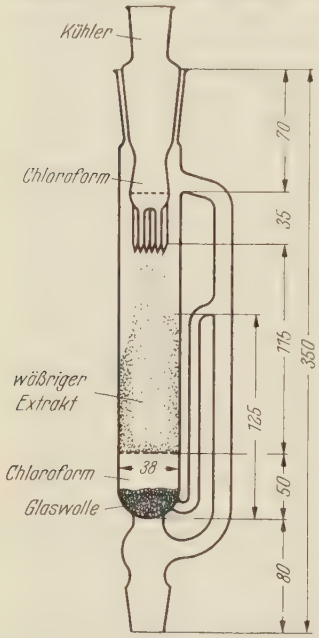

Abb. 1. Rasch arbeitender Extraktionsapparat für Flüssigkeiten.

1. Probenvorbereitung. Man mahlt Kakaobohnen und entfettet sie mit Petroläther (Kp 80° C). Das entfettete Material wird getrocknet und pulverisiert. Ebenso behandelt man Schokolade und Gebäck. Kalkhaltige Kakaorückstände neutralisiert man vorher mit 3 n Salzsäure.

2. Ausführung der Bestimmung. Man vermischt 10 g Probe mit bei 900° C geglühtem MgO. Das Gemisch wird in einem 500- oder 1000-ml-Kolben mit 30 ml siedendem Wasser versetzt und 10 min lang unter Rückfluß gekocht. Dabei ist darauf zu achten, daß die Flüssigkeit nicht überschäumt. Die heiße Flüssigkeit wird mit 10—15 ml konz. Lösung von basischem Pb-acetat (Lösung gemäß der britischen Pharmakopöe) geklärt und durch einen Büchner-Trichter mit Papierfilter abgesaugt. Der Niederschlag wird mit heißem Wasser gewaschen und dann trocken gesaugt. Rückstand und Filter bringt man in den Kolben, fügt 200 ml heißes Wasser zu und erhitzt 10 min lang unter Rückfluß. Man filtriert und wäscht wie vorhin. Der Vorgang wird nochmals wiederholt. Die vereinigten Filtrate konzentriert man auf etwa 100 g. Unterdessen reinigt und trocknet man das Extraktionsgerät (Abb. 1). Man wägt den mit Glasschliff versehenen 250 ml-Kolben, der 3 Porzellanscherben enthält, fügt 100—120 ml Chloroform zu und verbindet ihn mit dem Extraktionsapparat, in den man etwa 8 cm hoch Chloroform gibt, und setzt 100 ml der konzentrierten Lösung von 50 bis 60° C hinzu, wodurch etwas Chloroform in den Kolben verdrängt wird. Der zur Konzentration benutzte Kolben wird mit wenig heißem Wasser gewaschen und dieses in den Extraktionsraum gespült. Die Chloroformschicht über der Glaswolle darf nicht weniger als 2½ cm Höhe haben. Das Gerät wird an einen Intensivkühler angeschlossen. Die völlige Extraktion beansprucht wenigstens 5 Std. Nach Schluß der Extraktion destilliert man das Chloroform bis auf einen kleinen Rest ab, setzt den Kolben auf ein siedendes Wasserbad und bläst Luft durch, bis der Chloroformgeruch nicht mehr wahrnehmbar ist. Der Kolben wird nach dem Trocknen ausgewogen. Dieser Rohextrakt wird zur Theobrominbestimmung in 100 ml Wasser, das 1,5 ml n Schwefelsäure enthält, aufgelöst und nun 5 min zum Sieden erhitzt. Man kühlt auf 40° C

[1] Analyst (Lond.) **75**, 457 (1950).

[2] Pharmazeut. Ztg. **75**, 968 (1930); vgl. diese Z. **87**, 316 (1932).

ab und fügt 1,5 ml Phenolrotindicatorlösung zu. Nach Zugabe von etwa 1,5 ml n Natronlauge bis zur Rot- versetzt man bis eben zur Gelbfärbung mit 0,1 n H_2SO_4. Dann fügt man soviel 0,1 n $AgNO_3$-Lösung (neutral gegen Phenolrot) zu, daß auf je 0,2 g Rohtheobromin 16 ml 0,1 n $AgNO_3$-Lösung kommen und titriert mit 0,1 n Natronlauge auf Rosafärbung. 1 ml 0,1 n Natronlauge entspricht 18,01 mg Theobromin. Die Ergebnisse zeigen gute Übereinstimmung mit jenen nach der Methode von R. V. WADSWORTH[1]. H. FREYTAG.

Zur Bestimmung der halogenierten Kohlenwasserstoffe in coffeinfreiem Kaffee empfehlen J. DESHUSSES und P. DESBAUMES[2] ihr früher[3] für einen ähnlichen Zweck angegebenes Verfahren. L. ACKER.

Die Acetylbestimmung in Pektin führen E. L. PIPPEN, R. M. MCCREADY und H. S. OWENS[4] nach einer Modifikation der Methode von E. P. CLARK[5] durch. Das erforderliche Gerät (vgl. Abb. 1) ist das CLARKsche; nur der Destillationskolben und Kühler sind leicht abgeändert. 0,5 g Pektinacetat werden in 250 ml-ERLENMEYER-Kolben mit 25 m. 0,125n NaOH-Lösung übergossen. Der verschlossene Kolben wird bis zum Auflösen der Probe geschüttelt. Man beläßt 1 Std bei Raumtemperatur, verdünnt auf 50 ml und überträgt 20 ml in den Destillationskolben (Abb. 1). Hinzu gibt man 20 ml $MgSO_4$-H_2SO_4-Lösung nach CLARK und destilliert mit kleiner Flamme, bis das Volumen im Kolben 15—20 ml beträgt. Hierauf leitet man Dampf ein und regelt Dampfgeschwindigkeit und das Erhitzen so, daß sich die Flüssigkeitsmenge nicht ändert. Nach Erreichen von 100 ml Destillat titriert man dieses mit 0,05 n Natronlauge gegen Phenolrot. In gleicher Weise führt man eine Blinddestillation aus, deren Destillat gewöhnlich 0,1 ml Lauge verbraucht. Die Werte stimmen mit der HENGLEIN-VOLLMERT-Methode[6] gut überein. Acetylbestimmungen in anderen Substanzen sind ebenfalls durchführbar. H. FREYTAG.

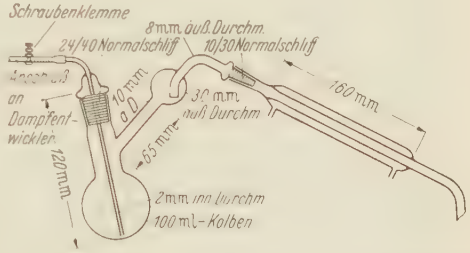

Abb. 1. Destillationsapparat für die Acetylbestimmung nach PIPPEN, MCCREADY und OWENS.

Beobachtungen bei der spektrophotometrischen Bestimmung von Vitamin D teilt H. E. COX[7] mit. Er verfährt nach der Methode von NIELD, RUSSELL und ZIMMERLI[8], die die $SbCl_3$-Reaktion etwas verbessert haben. Als Reagens benützt er eine 20%ige Lösung von $SbCl_3$ in Chloroform, die noch 4% Acetylchlorid enthält. Das Reagens muß jeweils frisch bereitet werden. Zu einem Teil einer Lösung von Vitamin D in Cyclohexan oder Chloroform gibt man 9 Teile des Reagenses, worauf eine orangerote Farbe auftritt, die nach 4 min ihr Maximum erreicht und diese Farbstärke etwa 12 min behält. Das Absorptionsmaximum liegt bei 500 mμ.

[1] Analyst **46**, 32 (1921).
[2] Mitt. Lebensmittelunters. **41**, 381 (1950).
[3] Mitt. Lebensmittelunters. **41**, 39 (1950); vgl. diese Z. **132**, 317 (1951).
[4] Analytic. Chemistry **22**, 1457 (1950).
[5] „Semimicro Quantitative Organic Analysis", New York, Academic Press 1943, S. 73.
[6] Makromol. Chem. **2**, 77 (1948).
[7] Analyst **75**, 521 (1950).
[8] J. of biol. Chem. **146**, 73 (1940); **148**, 245 (1943).

Vitamin A gibt mit dem Reagens eine blaue Färbung, die die Bestimmung von Vitamin D dann stört, wenn die vorhandene Menge an Vitamin A die von Vitamin D um das 5fache übersteigt. Sterine wie Cholesterin und Ergosterin stören etwas. Wenn Art und Menge der Vitamine bekannt sind, läßt sich ihr Einfluß an Hand der im Original angegebenen Extinktionen berechnen. Auch für einige Öle sind Korrekturen angeben. Bei Anwesenheit größerer Mengen Vitamin A empfiehlt der Verfasser die chromatographische Trennung. L. Acker.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Literatur. Ludwig Medicus, *Kurze Anleitung zur technisch-chemischen Analyse. Mit Übungsbeispielen zum Gebrauche beim Unterricht in chemischen Laboratorien.* Fünfte, verbesserte Auflage, bearbeitet von H. Reuther. XII, 233 Seiten mit 51 Abbildungen im Text. Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig 1951. Preis brosch. DM 9,—.

Gegenüber der im Jahre 1949 erschienenen vierten Auflage[1] erfuhr die fünfte Auflage nur geringe Änderungen. In den Vorbemerkungen suchte der Verfasser Wesen und Bedeutung der technisch-chemischen Analyse klar herauszuarbeiten. In den Übungsbeispielen finden neue DIN-Vorschriften in stärkerem Maße als bisher Berücksichtigung. Ein Werk, das sich so gut bewährt, daß es nach zwei Jahren neu aufgelegt werden muß, bedarf keiner besonderen Empfehlung. Es möge deshalb der Hinweis genügen, daß die Anleitung zur technisch-chemischen Analyse wieder zu haben ist.

A. Lassieur, *Analyse des silicates, roches, verres, couvertes, refractaires, etc.* (1. Band der von A. Lassieur herausgegebenen Sammlung „Documents d'analyse chimique".) VIII, 184 Seiten mit 3 Abbildungen. Verlag Dunod, Paris 1951. Preis brosch. 680 Fr.

In dem Büchlein werden außer den natürlich vorkommenden Silicaten die feuerfesten Materialien, Gläser, Zemente, Schlacken usw. berücksichtigt, ferner Materialien, die keine Silicate sind, die aber nach ähnlichen Analysenverfahren untersucht werden. Dazu gehören u. a. Flugaschen, Phosphate, Carbonate. Zunächst werden ausführliche Anweisungen für die Probenahme gegeben, dann folgen Angaben über den raschen Nachweis der in den Materialien seltener vorkommenden Elemente. Die den Hauptteil des Werkes bildenden Bestimmungs- und Trennungsmethoden werden nach den einzelnen Elementen gesondert behandelt. Bei jedem Verfahren werden die Grundlagen besprochen, auf die Störungsmöglichkeiten wird hingewiesen. Bei der Mehrzahl der Verfahren kann sich der Verfasser auf eigene Erfahrungen stützen, er bringt vielfach Zahlenbelege für die durchgeführten Analysen und gibt aus seiner langjährigen Praxis heraus sehr genaue Hinweise für die Durchführung der Analysen und die Vermeidung von Fehlern. Das Werk wird demnach für jeden, der mit einschlägigen Arbeiten zu tun hat, eine wertvolle Hilfe sein. A. Kurtenacker.

Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft e. V. Münster/Westf. Deutsche Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Fettprodukten und verwandten Stoffen. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft m.b.H., Stuttgart 1950.

Die Deutschen Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Fettprodukten und verwandten Stoffen — DGF-Einheitsmethoden — sollen 13 Abschnitte umfassen, unter anderem Fettrohstoffe, Fette, technische Fettsäuren, Lipoide, syn-

[1] Vgl. diese Z. **130**, 59 (1949/50).

thetische waschaktive Stoffe. Emulgatoren. Erschienen ist bisher die Abteilung G Seifen und Seifenerzeugnisse. Vergleicht man diesen Abschnitt mit den alten einheitlichen Untersuchungsmethoden für die Fett- und Wachsindustrie, so wird man nur an einigen wenigen Stellen eine direkte Übernahme des Textes feststellen können. Es handelt sich hier um eine völlig neu bearbeitete Zusammenstellung, bei der eine Gliederung in 1. „Allgemeines", 2. „Untersuchungsgang" und 3. „Einzelbestimmungen" erfolgt ist. Jede Bestimmung ist auf einem gesonderten Blatt gedruckt und kann gegebenenfalls leicht ausgetauscht werden, da für die ganze Sammlung ein Ringhefter vorgesehen ist. Die Methoden sind ihrer Aufgabe nach in erster Linie für die praktische Überwachung und Kontrolle bestimmt. Dementsprechend sind auch die Angaben ausführlich, so werden z. B. auch jeweils die Berechnungsmethoden genau mit angegeben. Es ist zu hoffen, daß die anderen Abteilungen bald erscheinen werden und daß dann die ganze Sammlung durch fortlaufende Ergänzung jeweils auf dem neuesten Stand gehalten wird.

F. Tödt: *Betriebskontrolle und Meßwesen in der Rübenzuckerindustrie unter besonderer Berücksichtigung physikalisch-chemischer Methoden.* 2. erweiterte Auflage. VIII, 148 Seiten mit 61 Abbildungen, 16 Tabellen und 1 Farbtafel. Naturwissenschaftlicher Verlag vorm. Gebrüder Borntraeger, Berlin-Nikolassee 1949. Preis 9,60 DM.

Das vorliegende Buch ist in erster Linie für den Praktiker geschrieben, der daraus zahlreiche Anregungen erhalten kann. Von den physikaisch-chemischen Verfahren sind insbesondere die Bedeutung und Messung des p_H-Wertes und die der Leitfähigkeit eingehend behandelt. Allgemein interessant ist der einleitende Abschnitt, der sich mit der Genauigkeit und Anwendungsgrenze der einzelnen Meßverfahren für die Betriebskontrollen beschäftigt. Weitere Abschnitte befassen sich insbesondere mit den Problemen der Saftgewinnung und Saftreinigung, wobei auch die Anwendung von Austauschern zur Entfernung der Salze mit berücksichtigt ist. Die folgenden Abschnitte befassen sich mit der Kontrolle des Wassers und Abwassers vom Gesichtspunkt der Zuckerfabriken her. Ein besonderer Abschnitt gibt einige kurze Hinweise für die Bodenuntersuchung. Das Buch wird abgeschlossen durch einen Abschnitt über theoretische und praktische Grundlagen der Korrosion, insbesondere innerhalb der Zuckerindustrie. Eine besondere Farbtafel nach F. Tödt zur p_H-Messung mit Methylrot und Bromthymolblau ist in dem Buch eingeheftet. Einige Unklarheiten im Text lassen sich wohl bei der nächsten Auflage noch ausmerzen. Das Buch selbst wird allen Interessenten viele Hinweise über die Möglichkeiten der Betriebskontrollen in der Zuckerindustrie unter Anwendung moderner Verfahren vermitteln. W. Fresenius.

K. Winnacker und E. Weingaertner: *Chemische Technologie.* Sammelwerk in fünf Bänden. Carl Hauser Verlag, München.

Erster Band: *Anorganische Technologie I.* XX, 609 Seiten mit 315 Abbildungen und 91 Tabellen, 1950. Preis kart. 33,— DM; Leinen 37,— DM.

Zweiter Band: *Anorganische Technologie II.* XIX, 644 Seiten mit 271 Abbildungen und 104 Tabellen, 1950. Preis kart. 37,— DM; Leinen 41,— DM.

In Einzeldarstellungen, verfaßt von Fachleuten der Industrie, soll eine systematische Übersicht über das gesamte Gebiet der chemischen Technik entstehen. Band I beginnt mit einem ausführlichen Kapitel über Verfahrenstechnik, in welchem u. a. das Fließbild und sein Aufbau, die Grundformen des chemischen Apparatebaues und die Grundverfahren (Zerkleinern, Trennen, Mischen usw.) behandelt werden. In dem folgenden Kapitel über Trink-, Kesselspeise- und Abwässer ist vielleicht das Trinkwasser etwas knapp behandelt. Zu berichtigen wäre, daß Bactorium coli nicht pathogen ist, es soll nur auf das etwaige Vorhandensein von

Krankheitserregern aufmerksam machen. Die weiteren Kapitel betreffen Luftverflüssigung, Edelgase, Kali-Industrie, Borverbindungen, Kochsalz und Alkalien, Chlor, Fluor und Perverbindungen. Der 2. Band enthält die Technologie des Schwefels, Phosphors, Stickstoffs und ihrer anorganischen Verbindungen. Ferner werden behandelt Carbid, Kalkstickstoff, Mörtel-Bindestoffe, Keramik, Glas, Chrom-, Manganverbindungen, Mineralfarben und großoberflächige Stoffe.

Die Gliederung der einzelnen Kapitel ist bemerkenswert einheitlich und durch kräftige Überschriften sehr übersichtlich gestaltet. Da die nicht mehr gebräuchlichen Verfahren jeweils nur im geschichtlichen Rückblick kurz gestreift werden, gibt der gewählte Rahmen die Möglichkeit, eine ganz erstaunliche Fülle von Verfahren zu behandeln. Durch klare Skizzen der verwendeten Apparate, durch Fließbilder, Wärme- und Energiebilanzen wird trotz kurzer textlicher Behandlung ein eindeutiges Bild der Verfahren gegeben. Zahlreiche Tabellen unterrichten über Rohstofflage und Produktionsziffern. Es ist schade, daß mitunter noch Vorkriegszahlen verwendet werden mußten. Da die Berichte von Praktikern stammen, ist auf die Rentabilität als oft treibende Kraft zur Entwicklung neuer Veefahren immer wieder hingewiesen. Die Behandlung geschieht in Anlehnung an bestehende Normung, wobei manche Anregung zu weiterer Arbeit gegeben wird. Auch viele in Amerika durchgeführte und geplante Verfahren werden angeführt. Literaturangaben und Patenthinweise geben Gelegenheit sich über den Rahmen des Buches hinaus mit Einzelheiten zu befassen. Die Angaben über Analysen- und Prüfmethoden sind naturgemäß knapp, doch würde es vielleicht mancher Leser begrüßen, wenn wenigstens in den Fußnoten etwas häufiger Angaben über Analysenverfahren enthalten wären. Zahlreiche Hinweise auf angestrebte Fortentwicklungen werden verhüten, daß das Werk allzu rasch veraltet. Namen- und Sachverzeichnis am Ende des 2. Bandes für den anorganischen Teil erleichtern das Auffinden spezieller Fragen. Die Ausstattung des Werkes ist einwandfrei und entspricht einem Buch, zu dem man häufig greifen wird. O. Sauter.

E. Fonrobert: *Das Holzöl, Herkunft, Gewinnung, Handel, Eigenschaften, Chemie, Prüfung und Verwendung.* 552 Seiten mit 45 Abbildungen, 83 Textzeichnungen und 51 Tabellen. Verlag Berliner Union, Stuttgart 1951. Preis in Ganzleinen 86,— DM.

Nach einleitenden Angaben über Geschichte und Namen des Holzöls bespricht der Verfasser die einzelnen Holzbaumarten und ihren Anbau in und außerhalb Chinas, ferner die Gewinnung des Öles, seine wertmäßige Beurteilung, Lagerung und sonstige Angaben, die für den Handel von Wichtigkeit sind. Dann folgen ausführliche Erörterungen der physikalischen, physiologischen und chemischen Eigenschaften des Holzöles, die sich z. B. mit der chemischen Zusammensetzung, den chemischen Vorgängen bei der Standöl- und Filmbildung sowie mit zahlreichen einzelnen Umsetzungen beschäftigen. Anschließend folgt ein ausführliches Kapitel über Prüfung, Nachweis und Verfälschung von Holzölen, bei dem auch die Bemusterung besprochen wird. Da dieser Abschnitt für den Leser dieser Zeitschrift von besonderem Interesse ist, sei erwähnt, daß der Wert der einzelnen Verfahren auf Grund der großen Erfahrungen des Verfassers sorgfältig abgewogen wird, so daß dem Analytiker wertvolle Anregungen vermittelt werden. Schließlich werden eingehend die Verwendung des Holzöles zu Anstrichmitteln als filmbildender Bestandteil zu Kunstharzen und Kunststoffen usw. sowie auch die Frage der Ersatzstoffe besprochen. Ein ausführliches Namens- und Schrifttums- sowie Patentverzeichnis und Sachregister beschließen das Buch.

Da sich der Verfasser seit Jahrzehnten wissenschaftlich und technisch mit dem Holzöl beschäftigt hat, ist das Buch mit hervorragender Sachkenntnis geschrieben. Klar und übersichtlich sind mehr als 3000 Literaturstellen verarbeitet und immer

wieder empfindet der Leser die sorgfältige objektive Darstellung des Verfassers. Das Buch kann daher allen, die für das Holzöl Interesse haben, als Standardwerk wärmstens empfohlen werden. A. Gehring.

K. Hultzsch: *Chemie der Phenolharze.* (Band 3 der Sammlung: „Organische Chemie in Einzeldarstellungen", herausgegeben von H. Bredereck und E. Müller.) VI, 193 Seiten. Springer-Verlag Berlin, Göttingen, Heidelberg 1950. 19,60 DM.

Der Verfasser gibt eine umfassende Darstellung der auf dem interessanten Gebiet der Phenolharzchemie vorliegenden Forschungsergebnisse, an denen er selbst maßgeblich beteiligt ist. Sorgfältig ist die Literatur der Phenolharze aus fast einem halben Jahrhundert, vom Beginn der Phenolharzchemie bis zum Jahre 1949 gesammelt und ausgewertet.

Nach einem historischen Rückblick auf die Entwicklung der Phenolharzchemie werden im Hauptteil die theoretischen Grundlagen der Phenolharzchemie eingehend behandelt. Der zweite Teil umfaßt die Abschnitte über die Einteilung, Bildung und über die Verarbeitung und den Aufbau der Phenolharze. Der als Anhang aufgenommene „Beitrag zur Phenolharz-Analyse" enthält einzelne chemische Untersuchungsverfahren. Auch die für die Erforschung der Bildung der Struktur und des Gefüges der Phenolharze benutzten physikalischen und physikalisch-chemischen Methoden werden kurz erwähnt, zugleich wird aber auf die Schwierigkeiten hingewiesen, die in der Phenolharz-Analyse immer noch bestehen. Das Werk wird nicht nur für den auf dem Kunststoffgebiet der Phenolharze tätigen Fachkreis wertvoll sein, sondern auch für alle diejenigen, die sich für das Gebiet der Hochpolymeren interessieren. W. Dick.

Jürgen Schmidt, *Das Kohlenoxyd, seine Bedeutung und Verwendung in der technischen Chemie.* Zweite, ergänzte Auflage. VIII, 366 Seiten mit 69 Abbildungen und 64 Tabellen. Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig K.-G., Leipzig 1950. Preis geb. DM 21,50.

Die Hauptkapitel betreffen die technischen kohlenoxydhaltigen Gase, die Entfernung des Kohlenoxyds aus technischen Gasen (Wasserstoffgewinnung), die Synthesen von Kohlenwasserstoffen, sauerstoffhaltigen Verbindungen, Blausäure und Phosgen unter Zuhilfenahme von Kohlenoxyd, die Verwendung des Kohlenoxyds zur Gewinnung von Metallen, Metallcarbonylen, von Ruß und wasserfreien Chloriden. Zu allen Abschnitten werden ausführliche Zusammenstellungen der einschlägigen Zeitschrift- und Patentliteratur gegeben. Für den analytischen Chemiker ist das Kapitel über die Analysenmethoden von besonderem Interesse. Auf mehr als 30 Seiten werden die Methoden zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung des Kohlenoxyds beschrieben mit Einschluß der automatischen Anzeige- und Registrierapparate. Die (unvollständig) bis etwa zum Jahre 1948 fortgeführte Literaturzusammenstellung enthält 171 Zeitschrift- und Patentzitate. Ein Kapitel über die physiologische Wirkung des Kohlenoxyds bildet den Abschluß des Werkes.

Riedel-de Haen A.-G. und H. J. Ehrhorn, *Sicheres Bauen durch einfache chemische Baustoffprüfung. Ausgewählte Schnellverfahren der chemischen Baustoffprüfung.* 40 Seiten.

Die kleine Broschüre enthält einfache, rasch auszuführende, meist maßanalytische Verfahren, um die verschiedenen Baustoffe wie Beton, Baukalk, Gips, Magnesit, Bautrümmer usw. auf ihre Eignung zu prüfen. Die Verfahren sind so ausgewählt und beschrieben, daß sie auch vom Nichtchemiker, vielleicht nach kurzer Anleitung, ausgeführt werden können. Aber auch für den analytischen Chemiker, der mit der Untersuchung von Baustoffen zu tun hat, wird es von Nutzen sein, in der kleinen Schrift zu blättern. A. Kurtenacker.

Für die Bestimmung von Silicium, Kupfer und Eisen in Siliciumbronze-Härtnern geben G. Norwitz und J. Norwitz[1] folgende Arbeitsvorschrift:

Zur Siliciumbestimmung versetzt man 0,5 g der Probe im 400 ml-Becherglas mit 15 ml 1 : 1 verd. Salpetersäure, erwärmt, gibt 30 ml 70%iger Perchlorsäure zu und raucht bis zum Entweichen von Perchlorsäuredämpfen ab. Nach einigem Stehen kühlt man ab, gibt 100 ml Wasser zu und filtriert. Den ausgewaschenen und im Platintiegel veraschten Niederschlag schmelzt man mit 10 g Natriumcarbonat, versetzt im schon benützten Lösungsgefäß mit 100 ml Wasser und 30 ml Perchlorsäure, erwärmt zum Lösen der Schmelze und entfernt den Tiegel. Nach Abrauchen bis zum Entweichen von Perchlorsäuredämpfen kühlt man ab, gibt 100 ml Wasser zu und bestimmt die Kieselsäure wie üblich.

Kupfer und *Eisen* werden in 1 g-Probe bestimmt, die man in einem Elektrolysierbecher mit 30 ml 1 : 1 verd. Salpetersäure unter Erwärmen löst. Man gibt einige Tropfen Flußsäure und 12 ml Perchlorsäure zu und raucht bis zum Entweichen von Perchlorsäuredämpfen ab. Nach dem Erkalten verdünnt man auf 190 ml und setzt 7 ml Salpetersäure zu. Durch Elektrolyse wird das Kupfer auf die übliche Art abgeschieden und bestimmt. Das kupferfreie Bad wird bis zum Entweichen starker Perchlorsäuredämpfe abgeraucht, der Rückstand mit 20 ml Wasser und 5 ml Salzsäure aufgenommen und das Eisen nach Reduktion mit Zinn(II)-chloridlösung nach Reinhardt-Zimmermann titriert. A. Eichler.

Aluminium. *Die quantitative Bestimmung von Natrium in Aluminium* und seinen Legierungen erreichen W. McCamley, T. E. L. Scott und R. Smart[2] durch Destillation des Natriums im Hochvakuum bei 900° und nachfolgende Auswertung mit der Zinkuranylacetatmethode. Es können damit 0,0001—0,001% Natrium mit einer Genauigkeit von ± 0,00014% bestimmt werden. — Die Apparatur besteht aus einer 35 cm langen Quarzröhre, die an einem Ende zugeschmolzen ist und am anderen Ende mit einer angeschliffenen Kappe geöffnet werden kann. Durch einen Seitenarm besteht Verbindung mit der Quecksilberdiffusionspumpe. Über das hintere Ende der Röhre kann ein elektrischer Ofen geschoben werden, während die vordere Hälfte durch Wasserbesprühung kühl gehalten wird. Man bringt 5—20 g der Aluminiumprobe, je nach Natriumgehalt, in einem Graphit-Schiffchen in die Quarzröhre, wartet nach Aufsetzen der mit gutem Vakuumfett eingeriebenen Verschlußkappe bis das benötigte Hochvakuum (10^{-4} bis 10^{-5} mm Hg) erreicht ist und erhitzt dann die Probe im hinteren Röhrenteil durch den übergeschobenen elektrischen Ofen 1¼ Std lang auf 900°, während die vordere Hälfte mit Wasser besprüht wird. Das namentlich bei Anwesenheit von Magnesium gut verdampfende Natrium schlägt sich als dünner Film in der gekühlten Rohrhälfte nieder. Nach beendeter Erhitzung und abgestelltem Vakuum öffnet man die Röhre und entfernt vorsichtig das Schiffchen ohne den Natriumfilm zu verletzen. Man löst ihn dann mit 5 ml Salzsäure (1 : 1) und spült die Röhre mit 40 ml Wasser aus. Eine zweite Nachspülung mit Wasser dient als Blindprobe. Die Lösung dampft man in einem Quarzbecher ein und nimmt den Rückstand mit 1 ml Wasser und 5 Tropfen Essigsäure (1 : 1) unter Erwärmen auf. Bei 20° gibt man unter kräftigem Rühren 10 ml Zinkuranylacetatreagens zu und bestimmt Natrium in bekannter Weise. H. Zellner.

Beryllium in Aluminium bestimmen H. V. Meek und Ch. V. Banks[3] spektrophotometrisch mittels Sulfosalicylsäure. Das Verfahren beruht darauf, daß der Berylliumsulfosalicylsäurekomplex ein Absorptionsmaximum bei längeren Wellen

[1] Metallurgia, Manchr. **42**, 405 (1950).
[2] Analyst (Lond.) **76**, 200 (1951).
[3] Analytic Chemistry **22**, 1512 (1950).

hat als Sulfosalicylsäure allein. Das Optimum für die Messung liegt bei 317,0 mμ. Störungen durch Aluminium werden durch Komplexbildung mit Äthylendiamintetraessigsäure („Versene, Trilon B")[1] und dadurch ausgeschaltet, daß man den Vergleichslösungen ebensoviel Aluminium zusetzt wie die Probe enthält. Kupfer und besonders Eisen stören sehr. Man beseitigt Kupfer elektrolytisch, Eisen noch besser durch Extraktion mit β,β'-Dichloräthyläther. Von Anionen stören Perchlorat, Chlorid, Sulfat und Carbonat nicht, dagegen Nitrat und Phosphat beträchtlich. Das Verfahren wurde im Bereich von 0,0015—0,23% Beryllium angewandt, ist aber auch darüber hinaus benutzbar.

Die zu prüfende Lösung von 100 ml in möglichst wenig überschüssiger Schwefel-, Perchlor- oder Salzsäure soll 0,200 ± 0,02 g Aluminium enthalten. Man fügt 10 ml 0,01 m reine Sulfosalicylsäurelösung und etwa 50 ml ungefähr 0,5 m Natrium- oder Ammoniumäthylendiamintetraacetatlösung von p_H 8 oder 9 hinzu. Mit reinem Ammoniak stellt man auf p_H 9,2—10,8 ein und verdünnt mit Wasser auf genau 200 ml. Man mißt mit Spektralphotometer bei 317 mμ gegen eine gleichartig hergestellte, aber berylliumfreie Vergleichslösung. Die Eichkurve wird mit bekannten Gehalten von Beryllium und der gleichen Menge Aluminium sowie mit den erwähnten Zusätzen hergestellt. H. Zellner.

Zur Spurenbestimmung von Magnesium in Reinaluminium gibt F. Farhan[2] ein genaues Verfahren an, mit dem man mittels Magneson II (p-Nitrobenzol-azo-α-naphthol) auf spektrophotometrischem Wege noch 0,00015% Magnesium mit einem relativen Fehler von etwa 5% bestimmen kann. In einem bedeckten 400 ml-Pyrexbecher löst man 10 g Aluminiumspäne in 200 ml reiner destillierter 6 n Salzsäure unter leichter Erwärmung auf. In die auf — 15° abgekühlte Lösung leitet man Salzsäuregas bis zur Sättigung ein, um $AlCl_3 \cdot 6\,H_2O$ quantitativ auszufällen, während die Verunreinigungen in Lösung bleiben. Man saugt vom Niederschlag ab und verdampft das mit destilliertem Wasser auf das doppelte Volumen ergänzte Filtrat bis auf einen kleinen salzsauren Rest, den man mit ein wenig destilliertem Wasser und Ammoniak versetzt und erwärmt. Sodann leitet man Schwefelwasserstoffgas ein; den in Gegenwart von Cu und Fe schwärzlichen Niederschlag wäscht man, trocknet im Ofen und prüft ihn spektrographisch auf Kohleunterlage auf etwa vorhandenes Magnesium. Minimale Spuren davon werden von den Metallhydroxyd- und Metallsulfidniederschlägen immer zurückgehalten. Diese Spuren können aber vernachlässigt werden. Man erhitzt das Filtrat im Pyrexröhrchen bis zum Verschwinden des Sublimats von Chlorammonium. Den weißen Rückstand nimmt man mit einigen ml 6 n Salzsäure auf, filtriert von Kieselsäure ab und verdünnt auf 50 ml. Von der Lösung entnimmt man Anteile, die 10—100 μg Magnesium enthalten, fügt 5 ml 0,005%iges Magneson II-Reagens in 0,5 n alkalischer Lösung hinzu, verdünnt auf etwa 40 ml, gibt 5 ml n Lauge zu, füllt auf 50 ml auf und mißt nach 3 min, bevor sich aus der blaugefärbten Suspension ein Niederschlag abscheidet, im Spektrophotometer die Absorption bei 650 mμ in 3 cm Küvette. Zur Aufstellung der Eichkurve dienen Standard-Magnesiumlösungen, die etwa 0,01 bis 0,5 μg Mg pro ml enthalten. Calcium über 1000 μg/50 ml stört und muß mit Ammoniumoxalat oder Pikrolonsäure entfernt werden. H. Zellner.

Zum Nachweis von Zinn in Aluminiumlegierungen benützt M. Bourson[3] die in salzsaurer Lösung mit Kakothelin bei Gegenwart von Hydroxylamin auftretende lachsrote bis violette Färbung. 0,04% Zinn lassen sich damit noch mit Sicherheit

[1] Vgl. diese Z. **132**, 38 (1951); **133**, 444 (1951); **134**, 205, 211, 214 (1951).
[2] Mikrochemie (Wien), **35**, 560 (1950).
[3] Chim. Anal. **33**, 134 (1951).

nachweisen. Störungen durch andere Elemente werden nach folgender Arbeitsvorschrift ausgeschaltet: Man bringt 5 g Späne mit 70 ml 20%iger Natronlauge in Lösung (bei Siliciumgehalten von über 3% löst man in einer Silberschale mit 20 g festem Natriumhydroxyd und allmählicher Zugabe von Wasser, wodurch das Silicium zum größten Teil als Silicat in Lösung geht), bringt mit Wasser auf 150 ml und setzt 25 ml einer Lösung von 500 g Kaliumcyanid in 700 ml Wasser zu. Dann bringt man für einige Minuten zum Sieden, verdünnt auf 250 ml, filtriert und wäscht mit heißem Wasser gut aus. Den Niederschlag löst man in 20 ml heißer Salzsäure und dampft die Lösung in einem 250 ml-Becherglas auf 1—2 ml ein. Wenn diese Lösung durch Spuren oxydierten Eisens gelb ist, reduziert man durch 1—2 sec langes Eintauchen eines Stückchens Zink. Nach Zusatz von 20 ml Wasser kühlt man stark ab, setzt 1 g Hydroxylaminchlorhydrat zu, bringt dies durch Umrühren in Lösung und gibt 5 Tropfen gesättigte wäßrige Kakothelinlösung zu. Je nach dem Zinngehalt entsteht eine lachsrote bis violette Färbung. Zinnfreie Lösungen zeigen die gelbe Farbe des Reagenses. — Bei Gegenwart von Chrom in der Legierung setzt man der alkalischen Lösung derselben etwas Natriumperoxyd zu, der übrige Arbeitsgang bleibt unverändert. A. Eichler.

Zur Bestimmung von Wismut, Blei und Kupfer in Aluminiumlegierungen teilt G. Norwitz[1] eine Methode mit, welche die von G. Norwitz, S. Greenberg und F. Bachtiger[2] angegebene hinsichtlich Kürze der Durchführung und Genauigkeit übertrifft. Bei der älteren Methode wurde in Salzsäure gelöst und Wismut als beim Metallschwamm ungelöst bleibend angenommen; es kann aber u. U. ein Teil derselben in Lösung gehen, wenn man nicht sehr schnell filtriert. Bei der von G. Norwitz verbesserten Methode wird in Natronlauge gelöst.

Arbeitsvorschrift: Man löst 2 g Späne unter Erwärmen in 45 ml 15%iger Natronlauge, gibt 150 ml heißes Wasser zu und filtriert durch ein mit Filterfasern gedichtetes Papierfilter. Nach Auswaschen mit heißem Wasser löst man den Niederschlag mit 2mal 20 ml heißer, 1:1 verdünnter Salpetersäure in das ursprüngliche Lösungsgefäß zurück und wäscht mit heißem Wasser nach. Die salpetersaure Lösung versetzt man mit 15%iger Natronlauge, bis eben ein bleibender Niederschlag entsteht, gibt aus einer Bürette 1:1 verdünnte Salpetersäure zu, bis die Lösung eben wieder klar wird, sodann 10ml 3,7%ige Natriumchloridlösung, verdünnt mit heißem Wasser auf 250 ml und läßt 45—60 min auf dem Dampfbad stehen. Das abgeschiedene Wismutoxychlorid wird abfiltriert und das Wismut colorimetrisch bestimmt. Zum Filtrat gibt man 30 ml Salpetersäure, dampft auf ein Volumen von 5 ml ein, fügt 10 ml Salpetersäure zu, verdünnt auf 180 ml und bestimmt Kupfer und Blei elektrolytisch. A. Eichler.

Eisen in Aluminiumlegierungen titriert G. Norwitz[3] mit Kaliumdichromat gegen Diphenylamin, wobei die Gegenwart von *Titan* nicht stört, wenn man es nach W. M. McNabb und H. Skolnik[4] in Gegenwart von Quecksilber(II)-chlorid durch Durchleiten von Luft oxydiert. Zur *Ausführung der Bestimmung* löst man 0,5 g der Legierung in 20 ml 1:1 verdünnter Salzsäure, wenn nötig unter Erwärmen auf dem Wasserbade, gibt nach Beendigung der Reaktion 2 Zinkgranalien zu, läßt diese unter Rühren etwa 2 min einwirken und filtriert durch ein Papierfilter, in dem sich 2 Zinkgranalien befinden. Nach Auswaschen mit Wasser gibt man zu dem in einem 250 ml-Erlenmeyerkolben gesammelten Filtrat 3—4 Tropfen gesättigte Quecksilber(II)-chloridlösung und läßt 3—4 min Luft hindurchperlen. Man setzt 3 Tropfen

[1] Metallurgia, Manchr. **43**, 46 (1951).
[2] Ind. Eng. Chem., Anal. Edit., **19**, 173 (1947).
[3] Metallurgia, Manchr., **43**, 154 (1951).
[4] Ind. Eng. Chem., Anal. Edit., **14**, 711 (1942).

einer Lösung von 1 g Diphenylamin in 100 ml konzentrischer Schwefelsäure zu sowie 3 ml 85%iger Phosphorsäure und titriert bis zum Auftreten einer auch bei Schütteln nicht verschwindenden tiefen Blaufärbung. Ein Blindversuch muß berücksichtigt werden; die Titerstellung der 0.43 g des Salzes in 2 l enthaltenden Kaliumdichromatlösung erfolgt gegen eine Standardaluminiumlegierung. Es empfiehlt sich, mehrere Bestimmungen auszuführen, um genaue Resultate zu erhalten.

A. Eichler.

Zur Al_2O_3-Bestimmung in Aluminium (Hütten-, Umschmelzaluminium und Raffinal) arbeiteten P. Urech, R. Sulzberger und E. Schaad[1] ein „trockenes" Verfahren aus, das auf dem Erhitzen der Probe im HCl-H_2-Strom beruht. Aluminiummetall verflüchtigt sich als $AlCl_3$, während das Oxyd zurückbleibt und colori-

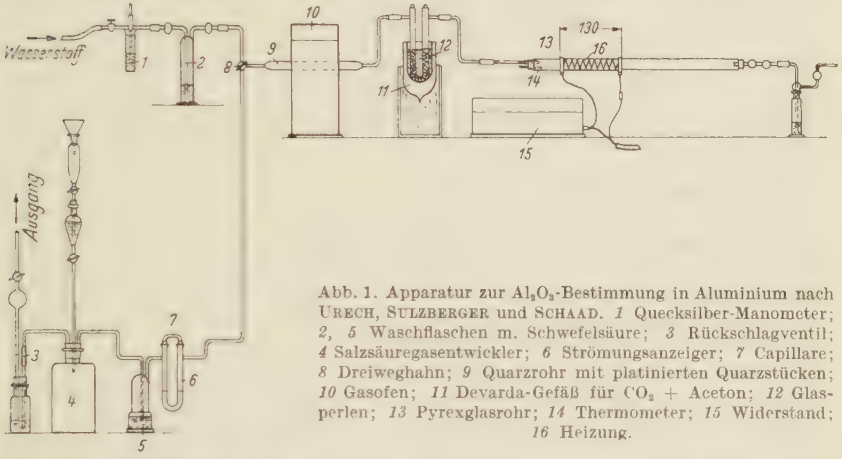

Abb. 1. Apparatur zur Al_2O_3-Bestimmung in Aluminium nach Urech, Sulzberger und Schaad. *1* Quecksilber-Manometer; *2*, *5* Waschflaschen m. Schwefelsäure; *3* Rückschlagventil; *4* Salzsäuregasentwickler; *6* Strömungsanzeiger; *7* Capillare; *8* Dreiweghahn; *9* Quarzrohr mit platinierten Quarzstücken; *10* Gasofen; *11* Devarda-Gefäß für CO_2 + Aceton; *12* Glasperlen; *13* Pyrexglasrohr; *14* Thermometer; *15* Widerstand; *16* Heizung.

metrisch bestimmt wird. Das Verfahren gibt mit der Wasserstoff-Meßmethode übereinstimmende Werte. Bei dieser Methode löst man die Probe in Alkalilauge, mißt den entwickelten Wasserstoff und rechnet auf Aluminium um. Al_2O_3 ergibt sich aus der Differenz. Auch mit Verfahren von Treadwell und Obrist[2] stimmen die nach der neuen Methode erhaltenen Werte gut überein. Dagegen liefert die von O. Werner[3] vorgeschlagene und von K. Steinhauser[4] als beste bezeichnete Brom-Methanolmethode fast 6mal zu hohe Resultate.

Zur Durchführung der neuen Methode dient der in Abb. 1 wiedergegebene Apparat. Man bringt je 2 g der zu untersuchenden Proben (bis zu 6 Proben gleichzeitig, am besten in Form von Spektralstäbchen von 4 mm ∅) in Porzellanschiffchen in das Pyrexglasrohr 13, leitet 20 min Wasserstoff durch den Apparat, setzt dann die Gasgeschwindigkeit auf 3 Blasen/sec herab und erhitzt das Quarzrohr 9 mit platinierten Quarzstücken auf Rotglut. Dadurch werden Spuren Sauerstoff aus dem Gasgemisch von HCl und H_2 zu Wasser verbrannt. Gleichzeitig erhitzt man das Pyrexrohr 13 auf etwa 270° C, stellt den Dreiweghahn 8 auf H_2 + HCl und schaltet den HCl-Entwickler 4 ein. Das Mischungsverhältnis H_2:HCl soll etwa 1:10 betragen. In der Kühlfalle 12 (Trockeneis + Aceton) werden die in 9 entstandenen Spuren

[1] Chimia **4**, 233 (1950).
[2] Helv. Chim. Acta **26**, 1826 (1943).
[3] Diese Z. **121**, 385 (1941).
[4] Aluminium **24**, 176 (1942).

Feuchtigkeit zurückgehalten. Wenn die Reaktion zwischen HCl und Aluminium in Gang kommt, wird das Metall schwarz, Einschlüsse von weißem Oxyd können dann gut beobachtet werden und man erkennt auch leicht das Reaktionsende. Ist es erreicht, stellt man den HCl-Strom ab, spült noch ½ Std mit Wasserstoff nach und läßt im H_2-Strom erkalten. Der Schiffcheninhalt wird dann auf ein Filter gebracht und ausgewaschen. Hierauf verascht man Filter samt Niederschlag im Platintiegel, bringt 2 ml 10%ige Soda-Boraxlösung (3 Teile Soda + 1 Teil Borax) in den Tiegel, verdampft zur Trockne, schmelzt vor dem Gebläse bis zur klaren Schmelze, löst diese in warmem Wasser, filtriert durch ein kleines Filter von ausgeschiedenem Eisenhydroxyd in einen 100 ml-Meßkolben und wäscht mit heißem Wasser. Man bringt mit 5%iger Salzsäure auf p_H 2, setzt dann noch 8 ml 5%ige Salzsäure zu, erhitzt kurze Zeit und füllt nach dem Abkühlen zur Marke auf. 25 ml der Lösung versetzt man mit 5 ml Pufferlösung (80 g Natriumacetat + 2 ml Eisessig auf 200 ml), verdünnt auf etwa 80 ml, gibt 10 ml 0,1%ige Eriochromcyaninlösung zu (die 1 ml Eisessig im Liter enthält), füllt zur Marke auf und photometriert nach 5 min mit Rotfilter RG 2 im Lange-Colorimeter. Der Aluminiumgehalt wird einer Eichkurve entnommen, zu deren Herstellung man 1 g reines Aluminium in 2,5 g NaOH + Wasser löst, die Lösung in 25 ml konzentrierte Salzsäure eingießt und auf 1 Liter verdünnt.

A. Kurtenacker.

Zur Sauerstoffbestimmung in Zirkoniummetall empfehlen J. K. Stanley, J. v. Hoene und G. Wiener[1] die Vakuumschmelzmethode, die auch bereits zur Bestimmung des Sauerstoffs im Titanmetall Verwendung gefunden hat[2]. Das Verfahren beruht auf der Reduktion der Oxyde durch Kohlenstoff in dem flüssigen Metall. Das entstandene Kohlenoxyd wird in CO_2 umgewandelt und dessen Menge wird durch Messung des Druckes in einem kalibrierten Volumen bestimmt[3]. Die zu untersuchende Zirkoniumprobe kommt in ein Bad aus geschmolzenem Eisen, das sich in dem Graphittiegel der Apparates befindet[3]. In diesem Tiegel hat sich das Eisen mit Kohlenstoff gesättigt und bei Zugabe des Zirkoniums reagiert anwesendes ZrO_2 mit dem Kohlenstoff im Eisen nach der Gleichung: $ZrO_2 + 3\,C = ZrC + 2\,CO$. Um richtige Resultate zu erhalten muß eine bestimmte Verdünnung des Zirkoniums im Eisen eingehalten werden, nämlich 0,05—0,10 g Zr in 15—20 g Eisen bei der ersten Probe. Vor jeder neuen Probe werden etwa 1,5 g Fe zugegeben. Ungeeignete Verdünnung äußert sich darin, daß in den aufeinanderfolgenden Proben immer niedrigere Sauerstoffwerte erhalten werden. Die Reaktionstemperatur soll zwischen 1850° und 1950° C liegen, besser bei dem höheren Wert. Bei niedriger Temperatur sind die Resultate im allgemeinen zu niedrig. Zugabe von Zinn in Mengen bis zu 25% scheint die Reduktion von ZrO_2 zu begünstigen. Man kann in dem verwendeten Apparat nur Proben von der Größenordnung 0,1 g verwenden. Wenn die Oxydeinschlüsse ungleich verteilt sind, ist es zweckmäßig eine größere Zahl von Bestimmungen durchzuführen, um einen brauchbaren Durchschnittswert für den Sauerstoffgehalt zu erhalten. Die Proben müssen in den Graphittiegel eingebracht werden, ohne dessen Wände zu berühren. Um dies sicher zu erreichen, wickelt man die Proben in Folien aus ausgeglühtem Eisen ein. Die Durchführung einer Sauerstoffbestimmung erfordert nur 20 min Zeit.

A. Kurtenacker.

Sauerstoffspuren in Wismutmetall bestimmen E. S. Funston und S. A. Reed[4] in an sich bekannter Weise durch Reduktion des Sauerstoffs mit Wasserstoff zu

[1] Analytic. Chemistry **23**, 377 (1951).

[2] D. Derge, J. Metals **1**, 31 (1949); D. I. Walter, Analytic. Chemistry **22**, 297 (1950); vgl. diese Z. **132**, 154 (1951).

[3] Vgl. dazu diese Z. **129**, 425 (1949).

[4] Analytic. Chemistry **23**, 190 (1951).

Wasser und Messung der dabei auftretenden Verminderung des Wasserstoffvolumens. In einer Reduktionskammer aus Quarz-Borsilicatglas werden auf einem Porzellanschiffchen 10 g Wismut in einer Wasserstoffatmosphäre durch äußere elektrische Heizung 30 min auf 850—900° erhitzt. Das entstandene Wasser wird in einem nachgeschalteten Röhrchen von trockenem Magnesiumperchlorat absorbiert. Den verbrauchten Wasserstoff erhält man aus der Niveaudifferenz des Quecksilbers in einer angeschlossenen Mikrobürette. Sauerstoffgehalte von der Größenordnung $0{,}02\,\%$ lassen sich auf die angegebene Weise mit einer Genauigkeit von $\pm\,0{,}0002\,\%$ absolut bestimmen. F. Neumann.

Um die Verunreinigungen an Calcium und Magnesium in metallischem Vanadium zu bestimmen, fällen J. Rynasiewicz, Ruth Guenther, M. E. Sleeper und R. H. Gale[1] das Vanadium aus salzsaurer Lösung mit Kupferron, extrahieren die Kupferronverbindung mit Chloroform und fällen in der wäßrigen Phase Calcium als Oxalat und Magnesium als Magnesiumammoniumphosphat.

Zur Durchführung der Bestimmung löst man bis zu 1 g des Metalls mit 0,1 bis 5 mg Ca und 0,1—2 mg Mg in 30 ml 1:1 verdünnter Salpetersäure, dampft einige Male mit Salzsäure zur Trockne und nimmt mit 30 ml $10\,\%$iger Salzsäure auf. Die eiskalte Lösung bringt man in einen 125 ml-Scheidetrichter, gibt 15 ml eiskalte $5\,\%$ige Kupferronlösung zu, schüttelt 2 min und extrahiert die Kupferronverbindung mit 50 ml Chloroform. Man wiederholt die Fällung und Extraktion, bis alles Vanadium entfernt ist und sich bei erneuter Kupferronzugabe nur eine weiße Trübung zeigt. Für 0,5 g Vanadium sind etwa 5 Fällungen notwendig. Man dampft die wäßrige Phase zur Trockne, zerstört organische Substanz durch Eindampfen mit Salpetersäure und Salzsäure, nimmt den Eindampfrückstand mit 20 ml Wasser und einigen Tropfen Salzsäure auf und fällt Calcium und Magnesium nach A. W. Marsden[2]. A. Eichler.

Spuren von Silicium in Vanadin und in Uran lassen sich nach R. Guenther und R. H. Gale[3] spektrophotometrisch durch Überführen in Silicomolybdat und Messen der Farbe bei 390 mμ bestimmen, nachdem die störenden Metalle und störenden Begleitstoffe durch Ausschütteln ihrer Cupferrate mit Chloroform entfernt worden sind. Für die Konzentration 0,02—0,28 mg Silicium in 100 ml Lösung gilt das Beersche Gesetz; die Reproduzierbarkeit beträgt dabei $\pm\,0{,}004$ mg.

Metallisches Vanadium oder Uran löst man in Salpetersäure, bringt mit Salzsäure ein paarmal zur Trockne und nimmt dann mit $10\,\%$iger Salzsäure auf. 125 ml der Lösung mit etwa 0,1 g Metallgehalt gibt man in einen Scheidetrichter. Hier schüttelt man die Uranlösung 5 min lang mit 4%igem Zinkamalgam, zieht das Amalgam dann ab, kühlt die Lösung und behandelt weiter Uran und Vanadin gleichartig. Man schüttelt im Scheidetrichter mit 15 ml kalter $5\,\%$iger Cupferronlösung 2 min lang, gibt dann 50 ml Chloroform hinzu und schüttelt weitere 2 min lang. Nach Abzug der unteren Schicht zieht man die übrige Lösung nochmals mit 10 ml Chloroform aus. Das Verfahren mit Cupferron-Chloroform wird noch ein zweites, wenn nötig drittes Mal wiederholt. Schließlich überträgt man die wäßrige Schicht in ein Becherglas und entfernt daraus gelöstes Chloroform durch Erwärmen und Rühren. Die abgekühlte Lösung füllt man im Meßkolben auf 100 ml auf und stellt auf p_H 0,8—1,0 ein. Einen 20 ml-Anteil davon pipettiert man ein einen 25 ml-Meßkolben und füllt zur Marke auf. Eine Parallelprobe von 20 ml versetzt man mit 2 ml $12{,}5\,\%$iger Ammoniummolybdatlösung und ergänzt mit Wasser zu 25 ml. Die

[1] Analytic. Chemistry **23**, 668 (1951).

[2] J. Soc. Chem. Ind. **60**, 21 (1941); vgl. auch J. Rynasiewicz und M. E. Polley, Analytic. Chemistry **21**, 1398 (1949); vgl. diese Z. **132**, 46 (1951).

[3] Analytic. Chemistry, **22**, 1510 (1950).

erste Probe gilt als Blindlösung. Gleichzeitig bereitet man aus bekannten, öfter nachgeprüften Natriummetasilicatzusätzen Vergleichslösungen, die im 100 ml-Meßkolben mit 8 ml Salzsäure (1:5) und mit 10 ml 10%iger Ammoniummolybdatlösung gut vermischt werden. Man mißt die Absorption des Silicomolybdatkomplexes nach 5 min im Spektralphotometer bei 390 mμ. H. Zellner.

Hohe Nickelgehalte in Metallen mit 98 bis nahezu 100% Ni bestimmt R. Bastian[1] spektrophotometrisch unter Benützung des Prinzips der „*Differentialcolorimetrie*"[2]. Als Bezugslösung dient — bei der Gehaltsbestimmung von metallischem Nickel verschiedener Reinheitsgrade — eine Lösung von 0,7 g Nickel in 100 ml verdünnter Perchlorsäure. Diese Konzentration ergab das günstigste Verhältnis zwischen Konzentrations- und Absorptionsänderung. Bei 395 und 720 mμ zeigt Nickelperchlorat Maxima der Lichtabsorption. Während im Bereich von 395 mμ Chromat-Ion sehr stört, hat bei 720 mμ selbst ein 1000facher Überschuß noch keinen Einfluß. Dagegen stört Kupfer bei 395 mμ nicht, bei 720 mμ sehr. Da aber Kupfer im Laufe der Vorbereitung leicht, etwa durch metallisches Blei, abgeschieden werden kann, ist das Arbeiten bei der Wellenlänge 720 mμ günstiger. 1% Kobalt verursacht einen Fehler in der Nickelbestimmung von etwa 0,04 bis 0,05%. Man schaltet den Fehler durch geeignete Vergleichslösungen aus. Temperaturunterschiede zwischen 23 und 25° üben keinen merkbaren Einfluß auf die Messung aus. Das Verfahren ist besonders für Serienanalysen geeignet. Wegen der Einzelheiten der Durchführung der Analysen sei auf die ausführlichen Arbeitsvorschriften in der Originalarbeit verwiesen. A. Eichler.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Literatur. H. Mühlemann und A. Bürgin: *Qualitative Arzneimittelanalyse.* 285 Seiten. Ernst Reinhardt Verlag, München-Basel 1951. Preis brosch. 8,60 DM; Leinen 11,— DM.

Das vorliegende Werk wendet sich in erster Linie an Apotheker und Studierende der Pharmazie. Es soll diesen ermöglichen, ohne kostspielige Apparate und sonstige besondere Hilfsmittel einfache Arzneimittelanalysen auszuführen. Bei den Untersuchungen der Arzneimittel spielt die Isolierung der wirksamen Stoffe in reinem Zustande eine ausschlaggende Rolle. Die hierzu dienenden Verfahren werden demnach eingehend erläutert. Im systematischen Hauptteil des Buches sind für eine große Zahl von isolierten Arzneistoffen die äußeren Eigenschaften, die Schmelz- bzw. Siedepunkte, ferner charakteristische chemische Nachweisreaktionen angegeben. Außerdem ist angeführt, an welcher Stelle die Stoffe in dem vorher behandelten allgemeinen Analysengang auftreten. Unter den Arzneimitteln sind auch solche mitberücksichtigt, die erst in den letzten Jahren in Anwendung gekommen sind. Ein Verzeichnis der häufig gebrauchten Reagenslösungen und ein ausführliches Sachregister bilden den Abschluß des Werkes, das nicht nur für den Apotheker, sondern auch für jeden Chemiker, der mit der Untersuchung von einschlägigen Materialien zu tun hat, ein wertvoller Behelf sein wird. A. Kurtenacker.

Zur colorimetrischen Bestimmung kleiner Mengen Antipyrin benutzt G. Deysson[3] die Reaktion von M. Pesez[4] mit Dimethyl-para-aminobenzaldehyd.

[1] Analytic. Chemistry **23**, 580 (1951).

[2] Bastian, R., Analytic. Chemistry **21**, 972 (1949); Bastian, R., R. Weberling u. F. Palilla, Analytic. Chemistry **22**, 160 (1950); Hiskey, C. F., Analytic. Chemistry **21**, 1440 (1949); vgl. diese Z. **130**, 432 (1949/50); **132**, 372 (1951).

[3] Ann. Pharmac. Franç. **7**, 237 (1949).

[4] Ann. Chim. anal. **24**, 11 (1942).

Das Reagens von Pesez besteht aus 1 g Dimethyl-para-aminobenzaldehyd, 5 ml 95%igem Alkohol, 5 ml Wasser und 30 Tropfen Schwefelsäure; es ist monatelang haltbar. Die mit Antipyrin entstehende lachsrote Färbung ist mehrere Tage beständig. Arbeitsweise: Man löst das Antipyrin in einem kleinen Becherglas in wenig 95%igem Alkohol, filtriert in ein Kölbchen, spült Becherglas und Filter mit Alkohol nach, bis die Lösung 10 ml beträgt. Nun fügt man 0,7 ml des Pesezschen Reagenses zu, schüttelt um, verschließt das Kölbchen und läßt 24 Std im Dunkeln bei + 20° stehen. Man mißt danach die Intensität der Färbung im Pulfrich-Photometer (Filter S 50) in Küvetten von 10 mm. Der Gehalt an Antipyrin wird einer Eichkurve entnommen, die mit Antipyrinlösungen von bekanntem Gehalt gewonnen wurde. Es empfiehlt sich, da die Bedingungen bei diesen Messungen sehr genau eingehalten werden müssen, mehrere Messungen gleichzeitig auszuführen und für jede Reihe eine Kontrolle mit einer bekannten Menge Antipyrin (3 mg) vorzunehmen. — Um in *keimenden Samen und Pflanzenteilen*, die mit Antipyrin-Lösungen behandelt wurden, die Mengen Antipyrin zu bestimmen, die unter verschiedenen Bedingungen absorbiert wurden, wägt man 4—5 g der Probe ab, verreibt sie im Mörser mit wenig feinem Sand und trocknet durch Zusatz von entwässertem Natriumsulfat aus. Das erhaltene Pulver bringt man mit etwa 60 ml Chloroform in ein Fläschchen, schüttelt von Zeit zu Zeit um und läßt 48 Std stehen. Dann entnimmt man 50 ml, verdampft das Chloroform, nimmt den Rückstand mit 95%igem Alkohol auf und führt wie oben beschrieben die Farbreaktion aus.

A. Grohmann.

Farbreaktionen des Copalquin-Rindenextrakts werden von J. A. Schuldiner[1] mitgeteilt. Die Untersuchung war im Hinblick auf die Verfälschungen notwendig, die neuerdings Raucheropium mit sogenanntem Copalquin-Gummi erfährt, einem Produkt, das nach Geruch, Farbe, Konsistenz und sonstigem Aussehen dem Opium gleicht.

Zur Durchführung der qualitativen Prüfung wurden 15 Sorten Rohopium unterschiedlicher Herkunft herangezogen und verschiedene Sorten Copalquin-Gummi. Die Reaktion mit Ammoniak, 1%iger NaOH-, gesättigter $Ca(OH)_2$-Lösung, konzentrierter Schwefelsäure, konzentrierter Salzsäure, 85%iger Phosphorsäure, Lafons Reagens (1 g Ammoniumselenit in 20 ml konzentrierter Schwefelsäure) wurden durch direkte Zugabe zum festen Material ausgeführt. Copalquin-Gummi ist in kalten Alkalien sofort löslich, die Lösung ist klar und tief bräunlich-gelb gefärbt. Die Opiumsorten sind viel weniger löslich, die Farbe heller und zumeist schmutzigtrübe. Konzentrierte Schwefelsäure gibt mit dem Gummi eine rosa bis tiefrote Farbe, die beim Verdünnen mit Wasser rosa wird. Opium liefert mit konzentrierter Schwefelsäure gelbe bis braune Färbungen. Auch die anderen vorgenannten konzentrierten Säuren verursachen rosa- bis fuchsinige Färbungen beim Copalquin-Extrakt, während Opium tiefgelbe Färbungen zeigt. Eine verdünnte wäßrige Lösung von Eisen(III)-ammoniumsulfat gibt mit Copalquin-Extrakt (wäßrige Lösung) grünlich-braunen, Opium einen rotbraunen Niederschlag. Lafons Reagens liefert entgegengesetzt gefärbte Niederschläge mit den Drogen. Zur Ausführung der Reaktion mit in Petroläther gelöstem Jod werden die Proben in Petroläther gelöst und das Reagens dem Filtrat zugesetzt.

Gemische von Copalquin-Rindenextrakt und Opium werden auf Grund des Morphingehalts festgestellt, der Rosa- und Rotfärbung mit Schwefel-, Salz- und Phosphorsäure, welche Reaktion auf Copalquin hinweist. Zunehmende Löslichkeit in Alkalien und tiefgelbe Färbung zeigt Verfälschung mit Copalquin-Extraktlösungen. Mischfarbreaktionen, verglichen mit Standard-Präparaten, zeigen ebenfalls

[1] J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **38**, 292 (1949).

die Verfälschung an. Rohopium, mit Copalquin-Extrakt gemischt, ist durch die positive Reaktion auf Morphin und durch die Orangefärbung des Petroläther-Jod-Reagenses gekennzeichnet, während Raucheropium diese Reaktion nicht gibt. Die erwähnte Orangefärbung bei Abwesenheit von Morphin deutet auf ein Gemisch mit Opiumrückständen. H. Freytag.

Für den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Santonin schlägt N. A. Qazilbash[1] folgende Prüfungsmethoden vor: 1. *Qualitativ*: 0,5 g gepulverte Droge wird mit 5 ml Benzol 5 min geschüttelt, dann filtriert. Das Filtrat wird in einer Porzellanschale zur Trockne eingedampft. Man läßt nun 2—3 Tropfen Kaliummethylat (5 g kleingeschnittenes Kalium in 50 g Methanol am Rückflußkühler lösen) an den Rand des Rückstands fließen und erwärmt abermals auf dem Wasserbad. Santoninhaltiges Material ruft eine orangerote, blut- oder karminrote Färbung hervor; demgegenüber ergeben santoninfreie Drogenauszüge ockerfarbene, gelb- oder dunkelbraune Farben, niemals aber Rotfärbungen. Diese Ergebnisse sind eindeutiger als solche mit alkoholischer Kalilauge und wurden durch die neu entwickelte *quantitave Bestimmung* bestätigt: Man vermischt 15 g fein gepulverte Droge im 500 ml-Scheidetrichter mit 1,5 g gepulvertem wasserfreiem Natriumcarbonat, schüttelt einige Minuten mit 15 ml 15%iger Ammoniaklösung, gibt dann 150 ml Benzol zu, schüttelt während 3 Std häufig, läßt über Nacht stehen, schüttelt dann abermals 15 min und filtriert nach halbstündigem Absetzen durch benzolbefeuchtete Watte in einen 100 ml-Meßzylinder. 100 ml Filtrat (= 10 g Droge) werden im Destillierkolben auf 15 ml eingeengt und dann im Becherglas zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird mit 110 ml 5%igem, frisch hergestelltem und filtriertem Barytwasser für 20 min im Wasserbad auf 60—70° unter gutem Umrühren erwärmt. Von dem abgeschiedenen gelb- bis dunkelgrünen Harz filtriert man durch ein angefeuchtetes Doppelfilter, spült 2mal mit heißem Wasser nach, säuert das Filtrat mit verdünnter Salzsäure in geringem Überschuß an und hält darauf unter Umrühren 20 min im Wasserbad auf 60—70°. Nach 15 min prüft man mit Kongopapier auf mineralsaure Reaktion und gibt gegebenenfalls noch 1—2 ml Säure zu. Nach dem Abkühlen schüttelt man im Scheidetrichter nacheinander mit 25, 20, 15 und 10 ml Chloroform aus, filtriert die Chloroformphase durch einen chloroformfeuchten Wattebausch in einen Erlenmeyer-Kolben und dampft darin zum Schluß unter Luftdurchblasen zur Trockne. Der Rückstand wird mit 50 ml 15-(Gew.)%igem Äthanol am Rückflußkühler ausgekocht und heiß filtriert. Kolben und Filter werden 3mal mit 5 ml warmem 15%igem Äthanol ausgewachsen, das Filtrat wird mit 50 mg Kieselgur und 50 mg Tierkohle 10 min am Rückflußkühler erhitzt, um Harze und Kolloide zu beseitigen, heiß in eine Krystallisierschale filtriert. Rückstand und Filter werden 3mal mit 5 ml des 15%igen Äthanols nachgewaschen und zur Krystallisation gebracht (im Dunkeln bei 15—17° im Verlauf von 24 Std). Die Santoninkrystalle werden dann auf einem gewogenen Filter gesammelt, 2mal mit Äthanol gewaschen, bei 100—105° getrocknet und gewogen. Als Löslichkeitskorrektur werden 0,0064 g Santonin zugezählt. Gegenüber den früheren Verfahren mit dem gleichen Drogenmaterial liefert diese Methode bessere Werte und ein reineres Produkt (Fp. 171 bis 173°). W. Hennig.

Für die spektrophotometrische Bestimmung von Rutin und Quercetin in Mischungen schlägt R. V. Swann[2] ein verbessertes Schnellverfahren vor, das für Reihenuntersuchungen geeignet ist. Gemessen wird bei den Wellenlängen 347, 362,5 und 375 mμ unter Verwendung einer UV-Lampe, 1 cm-Zelle und Rot-

[1] J. of Pharmacy a. Pharmacol. **3**, 105 (1951).

[2] J. of Pharmacy **1**, 323 (1949).

purpurfilter. Man überzeugt sich, daß im ultravioletten Gebiet jenseits von 362,5 mμ kein durch störende Begleitsubstanzen verursachtes Maximum liegt. Chlorophyll und rote Farbkörper lassen sich durch ihre Ätherlöslichkeit leicht entfernen.

Man wägt 50 mg in einem 50 ml-Meßkolben ein, löst in 95%igem Äthylalkohol unter Verdünnen auf eine optische Dichte von 0,4—0,6 bei Wellenlänge 362,5 mμ, säuert mit 0,5 ml 0,02 n Essigsäure schwach an und vergleicht mit einer Blindprobe mit den gleichen Mengen Alkohol und Essigsäure. Von bekannten Mischungen Rutin (100—94%) mit Quercetin (0—6%) liest man die entsprechenden optischen Dichten bei λ 347 und λ 375 mμ ab, bildet das Verhältnis der Dichten $\frac{E_{345}}{E_{375}}$ und legt davon eine Tabelle oder ein Diagramm an. Daraus läßt sich dann die Zusammensetzung einer unbekannten Rutin-Quercetinmischung leicht mit einem Fehler von $\pm$ 0,2% ablesen. Prozent wasserfreies Rutin $\times$ 1,088 = Prozent Rutintrihydrat. H. Zellner.

Zur Bestimmung von Rutin in Tabletten verwendet Earl B. Dechene[1] die Tatsache, daß Rutin (5, 7, 3′, 4′-Tetraoxyflavon-rhamnosid) ähnlich wie Morin (5, 7, 2′, 4′-Tetraoxyflavon) in Gegenwart von Aluminiumchlorid eine Gelbfärbung erzeugt, die unter bestimmten Bedingungen zur quantitativen Rutinbestimmung dienen kann. Gleichzeitig gibt Verf. eine papierchromatographische Methode zur Abtrennung von Quercetin (5, 7, 3′, 4′-Tetraoxyflavon) an, das als Begleitstoff oder Zersetzungsprodukt von Rutin auftreten und die Bestimmung stören kann.

Eichkurve: Zur Bereitung einer Standard-Rutin-Lösung wird Handelsrutin bei 125° zum konstanten Gewicht getrocknet und eine alkoholische Lösung hergestellt, die 50 μg/ml enthält. Deren Gehalt wird spektrophotometrisch nach Porter, Brice u. a.[2] bestimmt. Hiervon werden bestimmte Anteile in Reagensgläser gegeben und mit Alkohol auf 5 ml aufgefüllt. Zu jeder Probe gibt man 3 ml 0,1 m Aluminiumchloridlösung und 5 ml m Kaliumacetatlösung. Nach 40 min Stehen wird bei 415 mμ photometriert. Aus den erhaltenen Werten für 50—250 μg wird eine Eichkurve angelegt. Die Farbe erreicht nach 30 min ihr Maximum und bleibt einige Stunden konstant, wenn mindestens 3 (bis 5) ml Aluminiumlösung enthalten waren. Auch zwischen 3 und 7 ml Alkohol verändert dieser die Färbung nicht.

Zur Rutinbestimmung in Tabletten (die außer Rutin Aminophyllin, Phenobarbital, Mannithexanitrat, Ascorbinsäure enthalten können) pulverisiert man 5 bis 10 Tabletten fein und extrahiert hiervon eine 15—20 mg Rutin enthaltende Menge im Soxhletapparat 8—10 Std mit reinstem Äthanol (10 Std mit NaOH und Zinkfeile gekocht, dann abdestilliert). Der Alkoholextrakt wird im 50 ml-Meßkolben mit Alkohol aufgefüllt, hiervon werden wieder 15 ml genommen und genau so auf 50 ml aufgefüllt. Der Rutingehalt wird in Doppelbestimmungen von je 1 ml der letzten Verdünnung wie oben beschrieben, ermittelt. 95—105% der Einwaage wurden im Extrakt wiedergefunden, und keiner der anderen Arzneistoffe stört die Bestimmung.

Papierchromatographische Untersuchung: Rutin und Quercetin lassen sich zusammen oder einzeln in Mengen von 4—50 μg papierchromatographisch gut nachweisen. Man benutzt eine Mischung von 4 T. n-Butanol, 5 T. Wasser und 1 T. Eisessig zur 24stündigen aufsteigenden Chromatographie auf 3,5 × 28 cm-Streifen Whatman-Papier Nr. 1 und erhält konzentrierte, wenig ausgezogene Flecke.

[1] J. Amer. pharmaceut. Assoc. (Scient. Ed.) **40**, 93 (1951).

[2] Arch. Biochem. **21**, 273 (1949).

Die Streifen werden an der Luft getrocknet, mit Aluminiumchloridlösung und Kaliumacetatlösung besprüht und lufttrocken im UV-Licht untersucht. 1 μg Quercetin ist auf diese Art noch nachzuweisen. Bei der alkoholischen Extraktion aus den Tabletten tritt weder eine Hydrolyse noch eine Spaltung ein und zugesetztes Quercetin wird stets gesondert wiedergefunden. Versuche, Rutin aus dem Chromatogramm quantitativ zu extrahieren, ergaben jedoch nur 65% der eingesetzten 50 μg Rutin. W. Hennig.

Eine colorimetrische Methode zur Bestimmung von Uracil und Cytosin ist in Anlehnung an die von H. L. Wheeler und T. B. Johnson[1] gegebene Arbeitsweise von M. Soodak, A. Pircio und L. R. Cerecedo[2] ausgearbeitet worden. Das Verfahren beruht darauf, daß die Pyrimidinderivate nach Behandlung mit Bromwasser das Harnsäurereagens nach E. B. Newton[3], welches aus arsenwolframsaurem Lithium besteht, reduzieren. Cytosin kann aus einer neutralen Lösung mit Amberlit IR-100-H abgetrennt werden, besser ist aber der synthetische Zeolith Decalso, welcher Cytosin selektiv absorbiert, ohne daß Uracil verloren geht. An Reagenzien braucht man 1. das Harnsäurereagens nach Newton, 2. eine 2,5%ige Lösung von Natriumcyanid in 25%igem Harnstoff, gesättigtes Bromwasser und Decalso, welcher 4mal mit 3%iger Essigsäure, 1mal mit 25%iger Kaliumchlorid-Lösung und schließlich solange mit dest. Wasser gewaschen wird, bis er keinen Leerwert mehr gibt. Zur Bestimmung füllt man die unbekannte neutrale Lösung, die 0,05—0,3 mikromolar in bezug auf Pyrimidin ist, mit Wasser auf 2 ml auf, läßt nach Zusatz von 7 Tropfen Bromwasser 5 min stehen, entfernt das überschüssige Brom durch einen Luftstrom, spült den Hals des Kolbens mit 3 ml Wasser ab, setzt dann 5 ml Natriumcyanid-Harnstofflösung und 1,5 ml Newtons Reagens zu. Die Gläser bleiben 1 Std stehen, werden dann auf 25 ml aufgefüllt und die Farbtiefe wird bei 660 oder 690 mμ gemessen. Das Beersche Gesetz ist erfüllt. Wenn Uracil die Farbtiefe 0,99 gibt, gibt Cytosin die Farbe 0,41, Isocytosin 0,39 und Thiouracyl 0,36. Thymin und 5-Methylcytosin geben keine Farbe. Bromuracil und Dibromoxyhydrouracil geben fast die gleiche Farbe, auch nach Bromierung, während Dichloroxyhydrouracyl nur eine Farbintensität von 0,14 und Bromcytosin von 0,27 nach Bromierung ergeben. Isobarbitursäure gibt vor der Bromierung die Farbintensität 1,05, nach der Bromierung 0,11. 5-Nitrouracyl gibt nach der Bromierung keine Farbe mehr. Barbitursäure und Alloxan stören nicht. Auch Adenin und Guanin geben keine Farbe. Die Methode ist anwendbar auf Hydrolysate von Nucleinsäuren, wenn die Purine mit Palladium(II)-chlorid nach J. M. Gulland und T. F. Macrae[4] ausgefällt werden. Zur getrennten Bestimmung von Cytosin und Uracil bestimmt man erst beide zusammen, absorbiert dann an Decalso und bestimmt im Filtrat das Uracil allein. Die Ausbeuten an beiden Stoffen betragen fast 100% mit Schwankungen nach oben und unten und es können 6—33 μg der Stoffe bestimmt werden. K. Hinsberg.

Zur Untersuchung von Sennablättern (*Cassia Acutifolia Delile*) geben B. V. Christensen und I. A. Abdel-Latif eine spektrophotometrische und eine fluorometrische Methode an. Der *spektrophotometrischen Methode*[5] liegt die Borntraeger-sche Reaktion zugrunde. Die Farbintensität der ammoniakalischen Lösung ist von der Extraktkonzentration oder der Drogenmenge direkt abhängig. Die spektro-

[1] J. of biol. Chem. **3**, 183 (1907).
[2] J. of biol. Chem. **181**, 713 (1949).
[3] J. of biol. Chem. **120**, 315 (1937).
[4] J. Chem. Soc. **1932**, 2231.
[5] J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **38**, 589 (1949).

photometrische Messung erfolgt bei 670 mμ, bei welcher Wellenlänge sich eine Extinktionsspitze befindet. Das Verfahren ist rasch ausführbar, genau und empfindlich. Es ist auf alle Emodindrogen anzuwenden[1].

Man trocknet das Senna-Pulver bei 70° C über Nacht (bei 110° C 3 Std lang), wägt 10 g ab und übergießt im ERLENMEYER-Kolben mit 75 ml frisch bereiteter, alkoholischer 10%iger Kalilauge. Hierauf erhitzt man 30 min unter Rückfluß, saugt noch warm ab, wascht Kolben und Filterrückstand mit etwa 15 ml warmem Alkohol in 2 Portionen, überträgt das Filtrat in einen 100 ml-Meßkolben, wäscht Kolben und Scheidetrichter mit einigen Millilitern Alkohol nach und füllt auf. Diese Lösung kann im Kühlschrank über Nacht aufbewahrt werden. Man versetzt hierauf 25,0 ml der Lösung in einem 250 ml-Scheidetrichter mit 25,0 ml dest. Wasser und bringt mit verdünnter Salzsäure auf p_H 2,0. Die Ausschüttlung erfolgt mit Äther (zuerst 30 ml, dann 5×20 ml). Die ätherischen Extrakte werden vereinigt und mit einem Gemisch von 5 ml verdünnter Salzsäure und 10 ml dest. Wasser gewaschen. Das Waschwasser schüttelt man seinerseits mit 15 ml Äther aus und fügt den Extrakt zum übrigen. Er wird im 200 ml-Meßkolben nach Auffüllung zur Marke mit Äther im Kühlschrank über Nacht aufbewahrt. 30 ml dieser Lösung schüttelt man mit 10 ml frisch bereitetem Ammoniak, zuerst leicht, nach einigem Stehen stark und zentrifugiert etwa 5 min mit 5000 U/min oder bis die Ammoniakschicht sich völlig und scharf von der Ätherschicht abgetrennt hat. Die Ammoniakschicht läßt sich gleichfalls über Nacht gut verschlossen kühl aufbewahren. Die Blindprobe gewinnt man durch Ausschüttlung von 30 ml reinem Äther mit 10 ml des gleichen Ammoniaks. Hierauf photometriert man bei 670 mμ und entnimmt die Konzentration an Anthrachinonderivaten der Eichkurve. Das BEERsche Gesetz ist erfüllt.

Bei der *fluorometrischen Methode*[2] wird die Rosafluorescenz[3] des mit Ammoniak ausgeschüttelten ätherischen Extraktes der Sennablätter in einem photoelektrischen Fluorometer gemessen. Die Fluorescenz (%) ist umgekehrt proportional der relativen Konzentration, die Kurven (Logarithmus der prozentualen Fluorescenz in Abhängigkeit von der Konzentration) verlaufen linear.

Man kann also die gesuchte Konzentration C aus dem Logarithmus der Fluorescenz F der unbekannten Probe berechnen, wenn F_1 und F_2 die Logarithmen der Fluorescenzen der Lösungen mit den bekannten Konzentrationen C_1 und C_2 sind:

$$C = \frac{(F - F_1)(C_2 - C_1)}{F_2 - F_1} + C_1$$

Der Fehler bei Anwendung dieser Formel beträgt 2—7%, was in Anbetracht der verwendeten Verdünnung der Probe als genügend genau betrachtet werden kann. Vergleiche zwischen spektrophotometrischen und fluorometrischen Werten ergaben gegenseitige Bestätigung. H. FREYTAG.

Zum empfindlichen Mikronachweis von Anthrachinonderivaten kann nach B. V. CHRISTENSEN und I. A. ABDEL-LATIF[4] die mit Kaliumhydroxyd entstehende Rotfärbung dienen[5]. Man versetzt einen Tropfen der zu prüfenden Lösung auf der Tüpfelplatte mit einem Plätzchen KOH. Zur Sicherstellung des Ergebnisses

[1] Vgl. dazu CHRISTENSEN, B. V., u. I. A. ABDEL-LATIF: J. Amer. pharmaceut. Assoc. **38**, 487, 490 (1949); vgl. diese Z. **131**, 279, 401 (1950).

[2] J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **38**, 652 (1949).

[3] J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **38**, 487 (1949); vgl. diese Z. **131**, 401 (1950).

[4] J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **38**, 651 (1949).

[5] CHRISTENSEN, B. V., u. I. A. ABDEL-LATIF: J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **38**, 487 (1949); vgl. diese Z. **131**, 401 (1950).

sind Blindproben notwendig. Lösungen in organischen Lösungsmitteln geben die Reaktion nach dem Verdampfen des Lösungsmittels, wozu man die Tüpfelplatte wenn nötig auf dem Wasserbade erwärmt. Der Rückstand wird mit 1 Tropfen Wasser und dann mit dem KOH-Plätzchen versetzt. Die Reaktion kann zur Untersuchung emodinhaltiger Drogen dienen; in Sennablätter-Extrakt liegt die Nachweisgrenze bei der Verdünnung 1 : 500000. Die Färbungen sind mindestens 24 Std beständig. Mit Borax oder Natriumcarbonat tritt die Reaktion auch ein, sie ist aber weniger intensiv als mit Alkalihydroxyd. A. KURTENACKER.

Digitalis-Glucoside. *Zur Prüfung von Digitalis* und seinen Zubereitungen verwenden R. E. ABRAMS und M. L. DUNN[1] die Reaktion von H. BALJET[2], nach der Digitalisglucoside mit alkalischer Pikratlösung eine rotorange Färbung liefern. *Zur Ausführung* benötigt man eine täglich frisch bereitete 10%ige Lösung von neutralem Pb-acetat, eine 4,7%ige $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$-Lösung sowie eine alkalische Pikratlösung, die stets neu herzustellen ist. Hierzu sind 2 Stammlösungen erforderlich; die eine besteht aus einer 10%igen Pikrinsäure-, die andere aus einer 10%igen NaOH-Lösung. Vor Gebrauch mischt man 95 ml der ersten mit 5 ml der zweiten Stammlösung. 2,5 ml der Bezugs- oder zu prüfenden Tinktur werden im 25 ml-Meßkolben auf etwa 15 ml verdünnt, hierzu 2 ml Pb-acetatlösung gefügt, nach Auffüllen zur Marke geschüttelt und filtriert. 12,5 ml des gewöhnlich hellgrünen Filtrats vermischt man in einem anderen 25 ml-Meßkolben mit 2 ml Na_2HPO_4-Lösung, verdünnt zur Marke, schüttelt und filtriert. 12,5 ml dieses Filtrats ergänzt man mit der alkalischen Pikratlösung zur Marke. Nach dem Schütteln läßt man 25 min stehen. Ein aliquoter Anteil wird genau 30 min nach Phosphatzugabe bei 495 mμ spektrophotometriert. Die Durchlässigkeit soll zwischen 32 und 65% betragen. Eine Blindmessung wird mit 12,5 ml destilliertem Wasser durchgeführt, die auf 25 ml mit dem Pikratreagens gebracht werden. Mit einer U. S. P.-Standarddigitalistinktur gewinnt man eine Eichkurve, in der die Durchlässigkeit gegen die Digitaliseinheiten aufgetragen sind. Eine Einwaage des Vergleichsmusters des Digitalispulvers bereitet man durch Schütteln mit 10 ml 70 vol%igem Alkohol während je 8 Std an 3 aufeinanderfolgenden Tagen. Zwischendurch hebt man die Extrakte im Kühlschrank bei −2° C auf. Die Reproduzierbarkeit ist sehr gut, die Genauigkeit entspricht 5% und der berechnete Fehler beträgt 2%. H. FREYTAG.

F. NEUWALD[3] bedient sich der Reaktion von H. BALJET[4] in der Abänderung von KNUDSON-DRESBACH[5] *zur Bestimmung von Digitoxin*. Im Gegensatz zu den bisherigen Arbeiten, wonach die Extinktionskoeffizienten nicht in linearer Abhängigkeit zur Konzentration der Digitoxinlösungen stehen; stellt der Verfasser die Gültigkeit des LAMBERT-BEERschen Gesetzes fest. Zur Aufstellung der Eichkurve dient ein Digitoxin-Präparat von MERCK. Die Messungen erfolgen im ZEISS-PULFRICH-Photometer mit Filter S 50 im Bereich von 490—510 mμ mit einem Maximum bei 500 mμ. In diesem Bereich gilt das LAMBERT-BEERsche Gesetz. Filter S 53 (Absorption zwischen 520 und 550 mμ) entspricht dagegen nicht. BAERTICH.

Nach E. E. KENNEDY[6] können die *Digitalis-Glucoside Digitoxin, Digoxin und Lanatoside C* mit Hilfe des von F. K. BELL und J. C. KRANTZ[7] modifizierten

[1] Amer. J. Pharmacy **122**, 337 (1950).
[2] Schweizer Apoth.-Ztg. **56**, 71, 89 (1918); vgl. diese Z. **113**, 378 (1938).
[3] J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **39**, 172 (1950).
[4] BALJET, H.: Pharm. Weekblad. **55**, 457 (1918); vgl. diese Z. **113**, 378 (1938).
[5] KNUDSON, A., u. M. DRESBACH: J. Pharmacol. Exp. Therap. **20**, 205 (1923).
[6] J. Amer. pharmaceut. Assoc. Scient. Ed. **39**, 25 (1950).
[7] J. Pharmacol. Exp. Therap. **87**, 198 (1946).

Verfahrens von KNUDSON und DRESBACH bestimmt werden. Die Reaktion mit Pikrat wird hier unter Verwendung von Tetraäthylammoniumhydroxyd als Base durchgeführt. Das BEERsche Gesetz ist für alle genannten Glucoside erfüllt. Durch Messung bei 495 mμ ist das Verfahren empfindlicher als bei der von BELL und KRANTZ verwendeten Wellenlänge 525 mμ. Das Reagens wird hergestellt, indem man 1 g Pikrinsäure (10% H_2O) in 50 ml Methanol löst, die Lösung mit 20 ml 10%igem Tetraäthylammoniumhydroxyd versetzt und mit Wasser auf 100 ml verdünnt. Das Reagens hält nur einige Stunden. Für die Bestimmung bringt man 10 ml einer Methanollösung des Glucosids, welche etwa 0,04 mg/ml enthält, in einen 25 ml-Meßkolben, gibt genau 15 ml Reagenslösung zu, mischt gut, läßt 30 min stehen und mißt dann mit einem Quarzspektrophometer bei 495 mμ. Eine Lösung von 15 ml Reagens und 10 ml Methanol dient als Vergleichslösung. Zur Aufstellung der Eichkurven dienen Standardproben der Glucoside. Die Eichkurven müssen Gerade sein. Die 3 Glucoside färben nicht gleich stark. Digitoxin gibt die tiefste, Lanatoside C die schwächste Färbung. Die Extinktion nimmt also mit steigendem Molekulargewicht ab. – Die Analysenresultate sind auf etwa 2% der vorhandenen Glucosidmenge genau.

A. KURTENACKER.

E. WEGNER[1] modifizierte die Methode von A. KNUDSON und M. DRESBACH[2] unter Zuhilfenahme des Verfahrens der fraktionierten Extraktion von W. STRAUB[3] zum Zwecke der *photometrischen Bestimmung der herzwirksamen Glucoside* in Blättern und Samen von *Digitalis purpurea L.*

1 g trocknes, gepulvertes Blattmaterial wird 6 Std lang mit 50 ml destilliertem Wasser in der Schüttelmaschine extrahiert, die hauptsächlich Gitalin und Gitoxin enthaltende *Lösung A* vom Rückstand getrennt, der von der Flüssigkeit durch Abpressen befreite Rückstand mit 50 ml 50 vol%igen Alkohol bei etwa 40° C über Nacht digeriert (*Lösung B*). — 40 ml von A (= 0,8 g Blätter) werden mit 2,0 ml 30%iger Pb-Acetatlösung umgeschüttelt und stehen gelassen. Vom Niederschlag wird abfiltriert und 31,5 ml des Filtrats (0,6 g Droge) werden mit 4,5 ml 10%iger Dinatriumphosphatlösung versetzt und filtriert. Zur Ausschüttlung des Gitalins werden in zwei Scheidetrichtern je 6 ml des Filtrates (0,1 g Droge) je 4mal etwa 1 min lang mit 12 ml Chloroform ausgeschüttelt, die Extrakte in je 2 Kölbchen 1 und 2 gesammelt, das Lösungsmittel auf dem Wasserbad größtenteils abdestilliert und die Kölbchen bei 70° C getrocknet. Zur Gitoxinspaltung wird die in den Scheidetrichtern verbliebene Lösung A in je zwei 50 ml-Kölbchen mit je 4 ml Wasser nachgespült und mit je 0,5 ml 10%iger Schwefelsäure versetzt. Chloroformreste entfernt man auf dem Wasserbade und erhitzt beide Kölbchen 20 min auf dem siedenden Wasserbad unter Rückfluß. Nach dem Erkalten bringt man die Kölbcheninhalte in die vorbenutzten Scheidetrichter zurück und schüttelt, unter Ausspülen der Kölbchen, je 4mal mit 20 ml Chloroform. In diesen Extrakten ist das aus dem Gitoxin entstandene Gitoxigenin enthalten. Man sammelt sie in 2 Kölbchen 3 und 4 und befreit sie, wie angegeben, vom Chloroform.

Lösung B wird vom zu verwerfenden Rückstand abfiltriert und, wie Lösung A, gereinigt. Je 6 ml der gereinigten Lösung B (0,1 g Droge) gibt man in zwei tarierte Weithalskölbchen, setzt 3 ml Wasser zu und engt auf dem Wasserbade auf 4—5 g ein, worauf man mit Wasser auf 6 g ergänzt. Unter Nachspülen bringt man die Flüssigkeiten in 2 Scheidetrichter und schüttelt, wie bei Gitalin, mit je 12 ml Chloroform aus. Der Rückstand von dieser Ausschüttelung wird in Kölbchen 5 und

[1] Pharmazie **5**, 226 (1950).

[2] J. Pharmacol. Exp. Ther. **20**, 205 (1922).

[3] Arch. exper. Pathol. u. Pharmakol. **60**, 52 (1947).

6 gegeben. Lösung B enthält auch geringe Mengen Gitoxin. Daher wird die in den Scheidetrichtern verbliebene wäßrige Flüssigkeit der Gitoxinspaltung unterworfen und die Chloroformextrakte des Hydrolysats werden den Kölbchen 3 und 4 zugefügt. Der Inhalt der Kölbchen 1—6 wird in je 5 ml 50 vol%igem Alkohol gelöst. Den Kölbchen 1, 3 und 5 sowie einem Kölbchen 7 mit nur 5 ml des Alkohols (Vergleichslösung) setzt man je 5 ml frisches BALJET-Reagens[1] zu und liest die nach 30 min auftretende Färbung gegen die Vergleichslösung am Stufenphotometer (Filter S 50) ab. Dann gibt man in 2, 4, 6 und 7 je 5 ml Wasser, das 2 Tropfen 10%ige Natronlauge enthält. Gegen die Vergleichslösung wird die Intensität des gelblichen Farbtons gemessen und von den Extinktionswerten der Kölbcheninhalte abgezogen. Die Differenzen 1—2 (Gitalin), 3—4 (Gitoxin) und 5—6 (Digitoxin) rechnet man mittels einer Eichkurve in Digitoxin um. Diese Werte entsprechen dem Glykosidgehalt in 100 mg Droge. Der 1000fache Wert bedeutet dann Prozentgehalt. Nach W. NEUMANN[2] ist der Gitalinwert mit 0,874, der Gitoxinwert mit 1,02 zu multiplizieren, um die absoluten Werte zu erhalten.

In ähnlicher Weise werden Digitaliszubereitungen und Samen untersucht. Im ersteren Falle erlaubt allerdings die Methodik nicht zu entscheiden, ob die Herzglykoside noch in wirksamer Form oder schon teilweise gespalten und umgewandelt vorliegen. Die Digitalis-Samen werden nach dem Zerreiben mit Äther oder Petroläther entfettet. Da die Samenauszüge farblos sind und mit NaOH sich kaum verändern, so ist diese Korrektur nicht erforderlich. Der Digitoxin-Wert ist durch Multiplizieren mit 1000 und 0,932 auf Digitalin-Prozente umzurechnen. H. FREYTAG.

Eine fluorometrische Bestimmung von Gitoxin beschreibt M. PESEZ[3]. Nach früheren Versuchen des Verfassers sind kleine Mengen Gitoxin neben Digitoxin zu erkennen auf Grund einer Fluorescenzreaktion mit Phosphorsäure, die für das Hydroxyl am C 16 des Gitoxins charakteristisch ist. Die Lösung von Gitoxin in Phosphorsäure (D 1,61) zeigt unter Woodschem Licht eine intensive Blaugrünfärbung mit einem Absorptionsstreifen von 4600—5700 Å, während sich die Gitoxigenabsorption nur auf 4600—5300 Å erstreckt. Eine quantitative Bestimmung wird durch die Zuckerkomponente Digitoxose gestört. Jetzt gelang es PESEZ durch Zusatz von Hydrazin zur Phosphorsäure die Entwicklung einer Gelbfärbung zu verhindern und eine selbst nach 24 Std noch klare, farblose Reaktionslösung zu erhalten, die es erlaubt, fluorescenzphotometrisch an Hand einer Eichkurve Gammamengen Gitoxin auch in Digitalispräparaten des Handels zu bestimmen.

Phosphorsäurereagens: Zu 5 ml Hydrazinhydrat (98—100%ig) fügt man langsam, unter Eiskühlung, Phosphorsäure (D 1,61) zu und füllt nach völligem Erkalten mit ihr auf 100 ml auf. *Eichkurve*: Man stellt eine Suspension von 10 mg reinem Gitoxin in 10 ml absolutem Alkohol her, fügt 90 ml Phosphorsäurereagens zu und schüttelt bis zur völligen Lösung. 1 ml enthält jetzt 100 μg Gitoxin. Man legt hiervon Mengen von 0,1—1 ml vor, fügt 1 ml absol. Alkohol zu und füllt mit Phosphorsäurereagens auf 11 ml auf. Nach Umschütteln und 1stündigem Stehen bei Zimmertemperatur mißt man in einem Elektrophotometer, das zur Fluorescenzmessung mit Woodschem Licht ausgerüstet ist, mit Blaufilter ohne Diaphragma.

---

[1] BALJET, H.: Schweizer Apoth.-Ztg. **56**, 71, 84 (1918); vgl. diese Z. **113**, 378 (1938). Das BALJET-Reagens wird erhalten, indem man 40 ml kaltgesättigter Pikrinsäurelösung mit 2,5 ml 10%iger Natronlauge versetzt und das Ganze mit Wasser auf 50 ml auffüllt.

[2] Z. physiol. Chem. **240**, 241 (1936); vgl. diese Z. **114**, 368 (1938).

[3] Ann. pharmac. franç. **8**, 746 (1950).

Bestimmung von Gitoxin in Digitalis. Man verteilt 10 mg des Präparates in 10 ml Alkohol und stellt 2 Versuche an, indem man einmal 1 ml, das andere Mal 0,5 ml Lösung, die man auf 1 ml ergänzt, vorlegt. Zu beiden Proben fügt man 10 ml Phosphorsäurereagens, mischt, läßt 1 Std stehen und mißt wie bei der Eichkurve, nach der man dann den Gehalt an Gitoxin in dem Digitalis-Präparat errechnet.

In den offizinellen Digitalis-Lösungen legt man ebenso, wie beschrieben, 0,5 und 1 ml Lösung vor. Es zeigt sich, daß das Alkohol-Glycerin-Wasser-Lösungsmittel der offizinellen Digitalis-Lösung von 1 ml und darunter ohne Einfluß auf die Fluorescenz-Reaktion ist. W. Hennig.

4. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Literatur. H. von Euler und H. Hasselquist: *Reduktone, ihre chemischen Eigenschaften und biochemischen Wirkungen.* (Heft 50, Neue Folge, der Sammlung chemischer und chemisch-technischer Vorträge, herausgegeben von R. Pummerer.) 55 Seiten mit 3 Abbildungen. Verlag von Ferdinand Enke, Stuttgart 1950. Preis geheftet 6,90 DM.

Der Grundkörper dieser Stoffklasse, das Redukton $CH=C—CHO$ (OH, OH), wurde 1933 von Euler aufgefunden und in der vorliegenden Darstellung wird über Bildung und Reaktion der verschiedenen Reduktone zusammenfassend berichtet; in besonderen Kapiteln werden dann die physikalisch-chemischen und biochemischen Eigenschaften der Reduktone zusammengestellt. Die Reduktone sind von besonderem Interesse, da sie beim Abbau von Zuckern entstehen und da unter anderem die Ascorbinsäure (Vitamin C) zu dieser Stoffklasse gehört. Die übliche Bestimmung dieses Vitamins erfolgt durch Tillmans Reagens, das gleichzeitig das Reagens für die gesamte Klasse der Reduktone ist. Daraus erklären sich mancherlei Schwierigkeiten bei der praktischen Bestimmung des Vitamins C. Die vorliegende Schrift ist gerade durch die Aufzeigung dieser Zusammenhänge von besonderem Interesse. W. Fresenius.

Ein neues Gerät zur C-Bestimmung in biologischem Material durch nasse Verbrennung gibt D. J. D. Hockenhull[1] an (vgl. Abb. 1). Die Verbindungsstücke unterhalb *F* und der Hahn T_1 werden mit sirupöser Phosphorsäure geschmiert, die oberhalb *F* mit Wasser. Die Hähne T_2 und T_3 werden mit Vaseline versehen. *E* bis *H* enthalten Glasperlen (6—7 mm). *E* enthält konzentrierte Schwefelsäure, *F* Wasser, *G* 25 ml 0,1 n $Ba(OH)_2$-Lösung und *H* 5 ml 0,1 n $Ba(OH)_2$-Lösung. Zu *G* und *H* fügt man etwas sec-Octanol zur Verhütung des Schäumens. Die Probe mit etwa 10 mg *C*, der man 200 mg KJO_3 zusetzt, soll trocken oder in nicht mehr als 0,2 ml Wasser gelöst sein. Man gibt die so vorbereitete Probe in den 25 ml fassenden Kolben *A*,

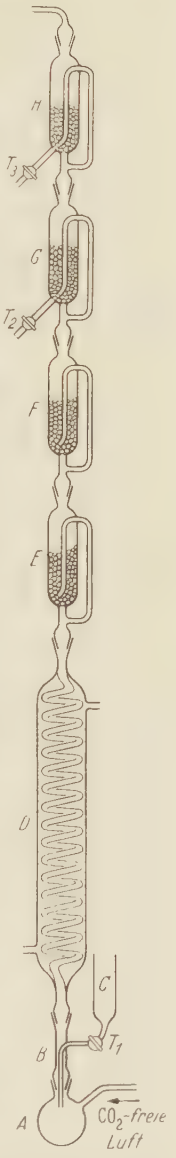

Abb. 1. Gerät zur C-Bestimmung in biologischem Material n. Hockenhull.

[1] Biochemic. 7, **46** 605 (1950).

der an das Gerät angeschlossen wird. Ein lebhafter Strom CO_2-freier Luft (mehr als 100 ml/min) wird durchgesaugt. Vom Einfülltrichter C aus fügt man 4 ml Verbrennungsgemisch nach VAN SLYKE-FOLCH (s. unten) zu, kocht den Kolbeninhalt binnen 2 min und entfernt die Flamme, wenn die Abscheidung von Jod beginnt. Man hält dann im gelinden Sieden, während 2,5—3,0 l CO_2-freie Luft das gebildete CO_2 in die Barytwasser-Vorlage überführen.

Nach Beendung der Umsetzung werden H und G abgenommen, der Inhalt wird über T_1 und T_2 in einen Kolben unter zweimaligem Nachwaschen mit CO_2-freiem Wasser abgelassen und das unverbrauchte $Ba(OH)_2$ gegen Thymolphthalein mit 0,1 n HCl titriert. Jede Bestimmung beansprucht etwa 30 min. Bei Untersuchung von Kulturlösungen wurden Abweichungen von 0,8—2,1% von den berechneten Werten gefunden. Verbrennungsgemisch nach VAN SLYKE-FOLCH[1]: 25 g Chromtrioxyd, 5 g KJO_3, 167 ml Phosphorsäure (D 1,7) und 333 ml rauchende Schwefelsäure (20% SO_3) werden in einem 1 l-Pyrexg'askolben unter zeitweisem drehenden Bewegen allmählich auf 150° C erhitzt. Nach Auflösen des Chromsäureanlydrids läst man abkühlen und verschließt dann der Kolben mit Glasstopfen und darüber gestülptem Becherglas. H. FREYTAG.

Zur Bestimmung von Schwefel in pflanzlichen und tierischen Substanzen glühen A. T. ČERNYI und K. V. PODOJNIKOVA[2] 0,5 g der zu untersuchenden Probe mit 2—3 g Oxalsäure und 1—2 g Ca-Spänen in CO_2-Strom im Porzellan- oder Quarzrohr 10 min bei 750—800°. Der hierbei gebildete Schwefelwasserstoff wird in je 50 ml Cd- und Zn-Acetatlösung (5 g Cd-Acetat und 15 g Zn-Acetat in 1 l 15%iger Essigsäure) aufgefangen. Die Absorptionslösungen werden vereint, mit bestimmter Menge titrierter 0,01 n Jodlösung und 20 ml 2 n Salzsäure versetzt und nach 1—2 min wird der Jodüberschuß mit Thiosulfatlösung zurücktitriert. Die Genauigkeit der Methode beträgt 2—4,4%. A. TROFIMOW.

Über die amperometrische Mikrobestimmung von Sulfhydrylgruppen mit 0,001 m Silbernitratlösung berichten S. ROSENBERG, J. C. PERRONE und P. L. KIRK[3]. Das Verfahren stellt eine Erweiterung der von I. M. KOLTHOFF und W. E. HARRIS[4] sowie von R. BENESCH und R. E. BENESCH[5] angegebenen Verfahren dar. An Stelle einer rotierenden Pt-Elektrode wird aber als Neuerung ein vibrierender Pt-Draht als Elektrode und gleichzeitig als Rührer benutzt.

Das Verfahren ist für die Titration mit höchstens 20 ml 0,001 m Silbernitratlösung ausgearbeitet. Als Bezugselektrode dient eine Quecksilberjodidelektrode in ges. Kaliumchloridlösung mit 3% Agar-Gel als Brücke, die 30% KCl enthält. Als Leitsalz werden soviel Ammoniumhydroxyd und Ammoniumnitrat zugesetzt, daß die Lösung 0,25 bzw. 0,1 Mol/l enthält, wodurch eine Fällung von Silberchlorid verhindert wird.

Das außerordentlich empfindliche Verfahren erfordert die Ausführung von Blindversuchen. Probeanalysen an Cystein-, Glutathion-Lösungen und an mit Alkohol, Harnstoff oder Guanidinhydrochlorid denaturiertem Rinderserum-Eiweiß ergaben einen mit steigendem SH-Gehalt deutlich sinkenden Fehler. Bei Titration

[1] Siehe R. M. MCCREADY u. W. Z. HASSID, Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. **14**, 525 (1942).

[2] Biochimija **15**, 134 (1950) [Russisch].

[3] Analytic. Chemistry **22**, 1186 (1950).

[4] Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. **18**, 161 (1946); Analytic. Chemistry **21**, 963 (1949); vgl. diese Z. **128**, 314 (1948); **132**, 192 (1951).

[5] Arch. Biochem. **19**, 35 (1948).

von Mengen unter 1 µg SH beträgt der Fehler 3 –5%, während Gehalte von einigen Milligramm mit 1 –2% Genauigkeit erfaßt werden. Der Fehler steigt bei Altern der Lösungen. CRUSE.

Die colorimetrsiche Bestimmung von Oxalat in biologischem Material (Pilzdüngemittel) gründet S. BURROWS[1] auf die entfärbende Wirkung des Oxalat-Ions gegenüber gefärbten Eisenlösungen, und zwar wird als empfindliches Reagens die blau bis grün gefärbte *Eisen(III)-Ferronlösung* angewendet[2]. Die Entfärbungsreaktion gehorcht nicht dem BEERschen Gesetz. Der Oxalatgehalt muß also einer Eichkurve entnommen werden. Von Fremdstoffen wirken besonders Eisen-(III)-Ionen schon in sehr kleiner Konzentration (3 Teile je Million) störend. Eisen muß vor der Oxalatbestimmung quantitativ entfernt werden. Dies geschieht durch Extraktion des Pilzdüngemittels mit Citronensäurelösung; man sättigt die Citronensäurelösung mit Calciumoxalat, um die Auflösung von Oxalat aus der Probe zu verhindern. (In den Pilzdüngemitteln ist Oxalat ausschließlich als Calciumoxalat vorhanden.) Phosphat-, Citrat-Ionen stören die Oxalatbestimmung weniger; Ameisen-, Essig-, Propion-, Bernstein-, Malon-, Wein-, Glutar-, Glucon-, Fumar- und Maleinsäure stören nicht, wenn sie als Calciumsalze zugegen sind; Dextrose und Saccharose stören ebenfalls nicht. Die Acidität muß sorgfältig (auf p_H 0,95) eingestellt werden. Gelbfärbung der Lösungen stört im allgemeinen nicht.

Citronensäurereagens. Man löst 20 g Citronensäure und 50 g wasserfreies Calciumchlorid in Wasser, verdünnt zu 1 l, erhitzt zum Sieden und versetzt tropfenweise mit gesättigter Ammoniumoxalatlösung bis zur beginnenden Trübung. Man kocht auf, läßt über Nacht stehen und filtriert. — *Eisen-Ferron-Reagens.* Man löst 4,00 g Ferron in ungefähr 500 ml heißem Wasser, das 1,0 g $FeCl_3 \cdot 6\,H_2O$ enthält, fügt 300 ml 20 n Salzsäure und 68 g $CH_3COONa \cdot 3\,H_2O$ hinzu, kühlt und füllt zum Liter auf. — *Bestimmung.* Man extrahiert 1 g der trockenen Probe mit 10 ml Wasser und 10 ml Citronensaurereagens durch ½stündiges Erhitzen am Rückflußkühler, filtriert und wäscht mit kalten Wasser gut aus. Der Niederschlag wird in den Kolben zurückgebracht und 1 Std bei 100° C getrocknet. Man versetzt ihn dann mit 25 ml bzw. 50 ml 0,4 n Salzsäure, und zwar wird die erste Menge bei einem zu erwartenden Calciumoxalatgehalt unter 1%, die zweite Menge bei dem Oxalatgehalt von 1–3% angewendet. Man erhitzt etwa 5 min zum Sieden, filtriert durch ein kleines trockenes Filter, verwirft die ersten Tropfen des Filtrates und pipettiert dann 4 ml in ein trockenes Gefäß. Dazu gibt man 5 ml Eisen-Ferron-Reagens, schutzt die Lösung vor der Einwirkung direkten Sonnenlichtes und stellt sie in einem Spekker-Absorptiometer unter Verwendung von ILFORD-Filter Nr. 607 gegen eine Lösung, die 4 ml 0,4 n Salzsäure und 5 ml des Eisen-Ferron-Reagenses enthält, ein. Die Temperatur der beiden Vergleichslösungen soll sich um nicht mehr als ± 0,5° C unterscheiden. Zur Herstellung der Eichkurve verwendet man Lösungen von 0—4 mg Calciumoxalat ($CaC_2O_4 \cdot H_2O$) in 4 ml 0,4 n Salzsäure.
E. BAERTICH.

Die Bestimmung von Barbitursäurederivaten kann nach T. C. GOULD und C. H. HINE[3] mit Hilfe der *Ultraviolett-Spektrophotometrie* direkt im Äthylätherextrakt des Serums erfolgen. Der für die Messung günstigste p_H-Bereich liegt zwischen 9,0 und 10,0, er wird nach Verdampfen des Äthers unter Verwendung eines Boratpuffers (p_H 9,5) hergestellt. Als Barbitursäureverbindungen wurden die

[1] Analyst (Lond.) **75**, 80 (1950).

[2] Über Ferron(7-Jod-8-Oxychinolin-5-sulfosäure) als Eisenreagens vgl. J. H. YOE, J. Amer. Chem. Soc. **54**, 4139 (1932); **59**, 872 (1937); vgl. diese Z. **97**, 49 (1934); **117**, 210 (1939); L. URBANYI, vgl. diese Z. **129**, 183 (1949).

[3] J. Labor. a. clin. Med. **34**, 1462 (1949).

Präparate Amytal, Barbital, Cyclobarbital, Cyclopal, Pentobarbital und Phenobarbital untersucht. Zur Durchführung der Bestimmung werden zu 1 ml Serum je nach Volumen des Extraktionsgefäßes, dessen genaue Beschreibung mit Zeichnung im Original angegeben ist, 5—10 ml Wasser zugegeben. Es können auch größere Mengen an Serum, wenn erforderlich, zur Untersuchung gebracht werden. Zur Extraktion verwendet man 30 ml Äthyläther und bringt die Badtemperatur auf 50—55° C. Zur Vermeidung von Emulsionsbildung werden wenige Krystalle von wasserfreiem Natriumsulfat zugegeben. Nach Beendigung der Extraktion (15—60 min) wird der Äther verdampft. Zum Rückstand gibt man 2 ml Pufferlösung, die je 0,2 Mole Borsäure, KCl und NaOH im Liter enthält und auf p_H 9,5 eingestellt wird. Bei Vorhandensein von Barbitursäurederivaten werden die optischen Dichten bei den Wellenlängen 225, 240 und 265 mμ (d_3, D und d_1) bestimmt und der Wert d nach den Gleichungen:

$$d = D - d_2, \text{ wobei } d_2 = \frac{5}{8} d_3 + \frac{3}{8} d_1 \text{ berechnet.}$$

Aus d kann mit Hilfe einer Eichkurve die Menge Barbiturat in μg festgestellt werden. E. Baertich.

Zur Bestimmung von Pentosen in Gegenwart von Hexosen und Uronsäuren empfiehlt M. V. Tracey[1] eine Modifikation der Anilin-Reaktion, die F. D. White und A. C. Greenfn[2] zum qualitativen Nachweis der Pentosen in biologischen Flüssigkeiten (Urin usw.) vorgeschlagen haben. Bei der zur quantitativen Bestimmung verwendeten Arbeitsweise (siehe unten) gibt Glucose etwa 2%, Galactose und Galacturonsäure geben etwa 5% der Farbintensität der äquiv. Gewichtsmenge Xylose. Die durch andere Zuckerarten bewirkten Störungen liegen unter 1% der Xylosemenge. Die bei der Reaktion auftretende Färbung ist nicht auf Furfurol zurückzuführen.

Als Reagens mischt man 100 ml Eisessig, 10 ml 5%ige (Gew./Vol.) wäßrige Oxalsäure, 24 ml Wasser und 16 ml farbloses Anilin und bewahrt es, vor direktem Licht geschützt und nicht länger als 1 Woche, in dunkler Flasche auf. Die zu untersuchenden Lösungen mit einem Gehalt von 10—80 μg Pentosen in Röhrchen von 75 × 15 mm versetzt man mit je 6 ml Reagens, füllt mit Wasser auf 8 ml auf und mischt gut durch. Gleichzeitig setzt man ein Blindmuster aus 2 ml Wasser und 6 ml Reagens sowie 2 Standardvergleiche mit 10 bzw. 50 μg Xylose in gesättigter Benzoesäurelösung an. Man läßt die Färbung im Dunkeln bei Raumtemperatur während 20—24 Std sich entwickeln und mißt dann die Absorption unter Verwendung eines Ilford-Filters Nr. 622. Das Instrument wird mit der Blindlösung eingestellt und mit Standardvergleichen geeicht. Die Xylosewerte liegen auf einer Geraden. H. Zellner.

Die Isolierung und Bestimmung von Morphin, Codein und Heroin aus Gewebe und Körperflüssigkeiten mit Hilfe der Adsorption wird von A. Stolman und C. P. Stewart[3] erneut beschrieben. Sie haben gefunden, daß Florisil, ein technisches Absorptionsmittel in U.S.A., für diesen Zweck besonders geeignet ist. Es findet eine vollständige Adsorption in dem p_H-Bereich zwischen 8,0 und 6,0 statt und auch die Anwesenheit von Salzen und anderen organischen Stoffen stört fast nicht. Die Säule wird mit einer Mischung von Ameisensäure (1 Vol.) Äthylacetat (2 Vol.) und Äthylalkohol (2 Vol.) aktiviert. Da weiter gefunden wurde, daß eine Adsorptionssäule, welche vorher mit Alkohol benetzt war, wohl noch Codein und Heroin, nicht aber mehr Morphin adsorbiert, gelingt auch eine Trennung der Alkaloide.

[1] Biochemic. J. **47**, 433 (1950).
[2] Trans. roy. Soc. Can., Sect. V, **26**, 145 (1932).
[3] Analyst (Lond.) **74**, 536 (1949).

Nach den mitgeteilten Beleganalysen ist noch eine quantitative Extraktion von 0,5 und 1 mg möglich. Nach der Adsorption wird die Säule in einen Extraktionsapparat gebracht und dort 1 Std mit Methylalkohol kontinuierlich extrahiert. Für das Gelingen der Bestimmung ist wichtig, daß sowohl Lösungsmittel wie Reagenzien besonders rein sind.

Reagenzien: Man mischt je 1 l Äthyl- und Methylalkohol mit 4 g Silbernitrat und 1 ml 40%iger NaOH-Lösung, setzt nach 24 Std soviel Lauge zu bis kein Silberniederschlag mehr entsteht, filtriert, kocht den Alkohol 1 Std am Rückfluß und destilliert ihn dann. Äthylacetat wird mit 25 g P_2O_5 je Liter $^1/_2$ Std am Rückfluß gekocht und dann destilliert. Oxalsäure wird zwischen 60 und 70° vollkommen getrocknet und dann zwischen 140 und 157° sublimiert. Formaldehyd-Schwefelsäurereagens: 1 ml 40%iger Formaldehyd wird mit 99 ml reiner Schwefelsäure (D 1,84) gemischt. Formaldehyd-Ferrisulfat-Schwefelsäure: Man mischt 0,2 ml Formaldehyd-Schwefelsäurereagens mit 60 ml Schwefelsäure und fügt dann 8 ml einer 10%igen wäßrigen Ferrisulfatlösung zu.

Herstellung der Gewebsextrakte: 100 g Leber werden mascerisiert, mit 200 ml 95%igem Alkohol gemischt und mit Weinsäure angesäuert. Diese Masse wird mit weiteren 300 ml Alkohol verrührt und das klare tiefgelbe Filtrat mit 4 Volumen 5%iger wäßriger Trichloressigsäure gemischt und filtriert. Die Entfernung geringer Eiweißspuren ist wichtig. Man kann auch 100 g mascerisierte Leber mit 200 ml 10%iger Trichloressigsäure mischen und erhält ein klares gelbes Filtrat. Es wird mit dem gleichen Volumen Wasser gemischt, um die Konzentration der Trichloressigsäure zu vermindern, und 25% Alkohol zugesetzt. Zur Absorption werden 100 ml des auf die eine oder andere Weise hergestellten Extraktes verwendet. Blutfiltrate stellt man sich her, indem man Blut mit dem gleichen Volumen 10%iger Trichloressigsäure mischt und $^1/_2$ Volumen 95%iger Alkohol zusetzt. Nachdem der p_H-Wert durch Zusatz von Alkali eingestellt ist, kann das Filtrat zur Absorption verwendet werden. Zur Untersuchung von Harnen werden tiefgelb gefärbte normale Urine verwendet, die mit dem gleichen Volumen Wasser und dem halben Volumen Alkohol gemischt werden. Geringe Eiweißspuren können vernachlässigt werden. Vor der Absorption werden alle Extrakte auf ungefähr p_H 6,5 gebracht. Hierauf saugt man auf eine Florisilsäule und wäscht mit einer Alkohol-Wassermischung nach. Die Elution erfolgt mit reinem Alkohol. Die Prüfung der Methode geschah in der Weise, daß bekannte Mengen von Alkaloiden den fertigen Extrakten zugesetzt wurden und die wiedergefundene Menge colorimetrisch bestimmt wurde. Für Morphin geschieht dies nach der Methode von Oberst, für Heroin in derselben Weise, für Codein nach der Vorschrift von Fulton mit Formaldehyd-Ferrisulfat-Schwefelsäure. Es wird in allen Fällen ein rotes Filter verwendet. (Weitere technische Einzelheiten im Original.)

A. Stolmann und C. P. Stewart[1] stellten ferner Untersuchungen über die *Trennung und Bestimmung von Mischungen von Morphin, Heroin, Codein und Barbituraten* durch Adsorption an. Die Reagenzien sind dieselben wie im vorstehenden Referat beschrieben. Mit Aceton kann man Codein eluieren nicht aber Morphin oder Heroin. Dies gilt jedoch nur, wenn die betreffenden Alkaloide allein anwesend sind, nicht für ihre Mischungen. Die selektive Adsorption mit schon gebrauchten Säulen bzw. solchen die vorher mit Methylalkohol extrahiert waren, wird bestätigt. Das Morphin wird nach der Elution aus einer alten Säule an eine zweite frisch aktivierte Säule adsorbiert und mit Methanol eluiert. Der Verlust beträgt etwa 4% bei 1 mg, für Heroin und Codein nur 0—2%. Zur Abtrennung von Barbitursäure im Eluat eignet sich am besten fein gepulverte Kokos.

[1] Analyst (Lond.) **74**, 543 (1949).

nußkohle (60—100 Maschensieb). Die Säule wird dadurch aktiviert, daß man sie am Rückflußkühler 2 Std mit Äthylacetat extrahiert, dann mit Alkohol und schließlich mit Wasser wäscht. Die colorimetrische Bestimmung der Barbiturate erfolgt nach G. A. Levvy[1] mit Hilfe der Kobaltacetatreaktion in Chloroform unter Zusatz einer Isopropylaminlösung bei p_H 5,5. Dann werden für Barbitursäure auch in Gegenwart von Morphin genaue Resultate erhalten. Die Mitteilung hat nur vorläufigen Charakter. K. Hinsberg.

Zur Bestimmung von Glutamin im Blutplasma benutzen P. Boulanger und R. Osteux[2] die Labilität der Säureamidgruppierung, wobei sich aus Glutamin unter Einwirkung alkalischer Substanzen Pyrrolidoncarbonsäure und mit Ammoniak Ammoniumglutaminat bilden. Die Verfasser benutzen als Reagenzien eine gesättigte Lösung von Natriumborat sowie zur Hydrolyse 8 Teile der Boratlösung und 2 Teile einer 25%igen Kalilauge, n/280 Schwefelsäure, wobei 1 ml dieser Säure 0,5218 mg Glutamin entspricht und die entsprechend eingestellte n/280 Sodalösung. Als Indicator wird ein Gemisch von Methylrot und Methylenblau nach Conway verwandt. Die Bestimmung wurde in einem Mikrodiffusionsapparat nach Conway vorgenommen, wobei das durch Einwirkung der alkalischen Boratlösung auf Glutamin entstandene Ammoniak im Zentralraum durch die genau eingestellte Schwefelsäure gebunden wird. Kritische Untersuchungen zeigen, daß Boratlösung allein für die Durchführung der Hydrolyse nicht ausreicht. Die nach dieser Methode erhaltenen Plasmawerte für Glutamin stimmen mit den bisher gefundenen Werten überein. E. Baertich.

Untersuchungen über das colorimetrische Verfahren zur Bestimmung der Aminosäuren nach O. Folin[3] führten N. H. Furman, G. H. Morrison und A. F. Wagner[4] aus. Das Verfahren beruht auf der Bildung stark gefärbter Komplexe bei Einwirkung von Natrium-2-naphthochinon-4-sulfonat auf die Aminosäuren. Die Versuche ergaben, daß das Verfahren zur Untersuchung von Gemischen verschiedener Typen von Aminosäuren ungeeignet ist. Dagegen lassen sich Gehaltsbestimmungen in Lösungen, die nur eine Aminosäure enthalten, genau ausführen, also z. B. in Lösungen, die man vorher einer chromatographischen Trennung unterworfen hat. Bei 470 mμ zeigen die Lösungen einer Reihe von Aminosäuren genau lineare Abhängigkeit der Extinktion von der Konzentration bis zu Gehalten von etwa 0,05 mg α-Stickstoff in 50 ml Lösung. In der Gruppe der neutralen Aminosäuren nimmt die Farbtiefe in der Reihenfolge Norleucin, Leucin, Glycin, Valin, Isovalin zu. Bei den basischen Aminosäuren gibt Lysin ein besonders stark gefärbtes Reaktionsprodukt, dann folgen Histidin und Arginin. Die sauren Aminosäuren Glutaminsäure und Asparaginsäure geben ungewöhnlich niedrige Extinktionswerte; hier besteht auch keine lineare Konzentrationsabhängigkeit der Extinktion. Die Verfasser suchen die Beobachtungen aus der Konstitution der Aminosäuren zu erklären. H. Zellner.

Druckfehlerberichtigung.

In der Arbeit W. Diemair und R. Baier, „Über ein Verfahren zur Mikrobestimmung des Phosphors", diese Z. **133**, 7—12 (1951) muß es heißen:

Seite 8, Zeile 9 von oben: Der Molybdängehalt ist aber recht unterschiedlich, so daß ....

Seite 9, Zeile 3 von oben: „kleiner" wird.

[1] Biochem. J. **34**, 73 (1940).

[2] Bull. Soc. Chim. biol. Paris **31**, 1290 (1949).

[3] J. of biol. Chem. **51**, 377 (1922); vgl. diese Z. **66**, 203 (1925); siehe auch Englis und Fliess, Ind. Eng. Chem. **36**, 604 (1944).

[4] Analytic. Chemistry **22**, 1561 (1950).

Namen- und Sachverzeichnis zum 134. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung.)

Abdel-Latif, I. A. siehe Christensen, B. V.

Abrahamczik, E. Metallbestimmung mit Hilfe von Ausschüttelungs-Reaktionen 120.

Abrahams, H. J., und Müller, J. H. Nachweis von Arsensulfid neben Germaniumsulfid 14.

Abrams, R. E., und Dunn, M. L. Prüfung von Digitalis 460.

Ackermann, H., siehe Schwarzenbach, G.

Adams, A. C., siehe Kaye, S.

Adcock, F. Sauerstoffbestimmung in Chrommetall 65.

Adrianow, A. F., siehe Čulanovskij, W. M.

Agazzi, E. J., siehe Parks, Th. D.

Akeroyd, E. J., siehe Vernon, W. H.

Alber, H. K., siehe Steyermark, Al.

Allberry, E. C., siehe Haslam, J.

Allen, H. O., siehe Butler, L. J.

Allen, J. A., und Holloway, D. G. Colorimetrische Silberbestimmung 208.

McAllister, R. A. Farbreaktion auf Milchsäure 229.

Aluise, V. A. Gasbrenner für hohe Temperaturen 431. — Siehe auch Steyermark, Al.

Amiel, J., und Nortz, M. Bestimmung von Cadmium 136.

Aminoff, D., und Morgan, W. T. J. Einfluß von Zucker auf die Oxydation der Aminosäuren 350.

Anderson, D. H., siehe Tuddenham, W. M.

Anderson, J. R. A., und Lederer, M. Bestimmung von 1-Methyl-5-aminoacridin 307.

Andrus, W. S., siehe Cefola, M.

Ankadji, siehe Wenger.

D'Ans, J., und Kneip. Bestimmung von Acetpersäure und Wasserstoffperoxyd nebeneinander 6.

D'Ans, J., und Mattner, J. Bestimmung von Diacetylperoxyd 7. — Bromometrische Bestimmung der Persäuren 6. — Bromometrische Titrationsmethoden 124. — Jodometrische Bestimmung der Persäuren 6.

Anson, M. L. Bestimmung von Sulfhydrilgruppen 80.

Argersinger, W., jr., siehe Stephanou, S. E.

Armstrong, A. R., siehe Salsbury, J. M.

Armstrong, F. A. J. Bestimmung von Phosphor in Meerwasser 60.

Armstrong, W. E., Densham, A. B. und Gouch, G. Bestimmung von Thionaphthen in Naphthalin 115.

Arnold, E., siehe Poethke, W.

Arnold, F., siehe Diemair, W.

Arnold, L., siehe Lorenz, A.

Arthington, W., und Hulme, C. A. Bestimmung von Quecksilber in Apfelschalen 284.

McArthur, E. M., siehe Pentz, E. I.

Ashley, S. E. Q. Elektrolyse mit kontrolliertem Potential 128.

Atkin, S. Bestimmung von Schwefeldioxyd neben Schwefeltrioxyd 157.

van Atta, R. E., siehe Elving, Ph. J.

Auerbach, F., und Bodländer, E. Jodometrische Bestimmung von Glucose 279.

Auerbach, M. E. Bestimmung Phenylephrin 294.

Auterhoff, H. Nachweis von Isopropylalkohol 223.

Awe, W. Nachweis und Bestimmung von Türkischrotöl 290.

Awe, W., und Demelius, F. Nachweis von Acetaldehyd 289.

Bachtiger, F., siehe Norwitz, G.

El-Badry, H., McDonnell, F. R. M., und Wilson, C. L. Gang der qualitativen Mikroanalyse 117.

Bähr, G., siehe Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 433.

Bagshawe, B., und Dyke, E. Zinnbestimmung in Werkzeugstählen 67.

Baier, R., siehe Diemair, W.

Baistrow, S., Francis, I., und Wyatt, G. H. Jodstärkekomplex 151.

Baker, L. C. W., und McCutcheon, Th. P. Bestimmung des Kobalts in Gegenwart nichtflüchtiger Radikale 51.

Balis, E. W., Bronk, L. B., und Liebhafsky, H. A. Bestimmung von Zinkoxyd in Zinkstaub 152.

Ballard, A., und Thornton, C. D. W. Photometrische Bestimmung von Quecksilber 139.

Ballard, A. E., siehe Zehlke, C. W.

Ballard, C. W. Bestimmung von p-Aminophenol in Metol 160.

Ballczo, H. Absaugeprouvette 379. — Doppeltitration 327. — Steigerung der Genauigkeit in der Maßanalyse bei Verwendung ganz verdünnter Lösungen durch: Nacheichung, Faktornormung, Doppeltitration 321 [Or].

Ballczo, H., und Kaufmann, O. Lithiumbestimmung 329.

Ballczo, H., und Mondl, G. Jodbestimmung in Mineralwasser 393.

Ballschmieter, H., siehe Schormüller, J.

Bandel und Blumrich. Titration von Prognanil 294.

Bandelin, F. B. Bestimmung von Alkaloiden 309.

Bandemer, S. L., siehe Evans, R. J.

Banks, siehe Reed.

Banks, C. V., siehe Voter, R. C.

Banks, Ch. V., siehe van der Haar, R. W., sowie Meek, H. V.

Baptist, V. H., siehe Bull, H. B.

Barab, J., siehe Cope, W. C.

Bartha, L., siehe Szabó, Z. G.

Bassett, H. Bestimmung von Selenat 150.

Bassett, L. G., siehe Wiberley, St. E.

Bastian, R. Nickelbestimmung in Nickelmetall 454.

Bates, R. W., siehe Cohen, H.

Baudisch, O. Kondensation von Acetol mit o-Aminobenzaldehyd 228.

Baudisch, O., und Deuel, H. J. Kondensation von Acetol mit o-Aminobenzaldehyd 228.

Baudler, M., siehe Brauer, G. Handbuch 363.

Bauer, G., siehe Fresenius und Jander. Handbuch der analytischen Chemie 432.

Baumann, H., siehe Hägg, G. 361.

Baumgarten, W., Mather, A. N., und Stone, L. Bestimmung von Threonin 348.

Beach, E. F., Munks, B., und Robinson, A. Bestimmung von Threonin 348. — Siehe auch Munks, B.

Bear, F. E., siehe Evans, H. J.

Beerstecher, E. jr. Bestimmung von Cyaniden in Körpergeweben 80.

Beickert, A. Bestimmung von Äthylurethan in Körperflüssigkeiten 78.

Belcher, R. Arsenit-Titration mit Hypochlorit 122.

Belcher, R., und Burton, F. Qualitative Mikroanalyse 117.

Belcher, R., und Clark, S. J. Titration mit Jodat 122.

Belcher, R., und Godbert, A. L. Les Méthodes semi-micro dans l'analyse organique quantitative 366 [L].

Belcher, R., und Ingram, G. Mikroelementaranalyse 368. — Mikro-Verbrennungsmethode 367.

Belcher, R., und Spooner, C. E. Mikro-Verbrennungsmethode 367.

Belen'kaja, A. P., siehe Maruškin, M. N.

Bell, F. K., und Krantz, J. C. Bestimmung der Digitalis-Glucoside 460.

Bell, F. O., siehe Martin, A. P.

Bell, R. N. Bestimmung von Pyrophosphat 18. — Zusammensetzung des Grahamschen Salzes 92.

Bellamy, L. J., Lawrie, J. H., und Press, E. W. S. Nachweis von Beschleunigern und Antioxydanten in Gummimischungen 273.

Bellamy, P. Potentiometrische Halogenbestimmung 375.

Bellin, A., siehe Mader, P. P.

Benk, E. Nachweis von Osmaron B in Melkfetten 276.

Bennett, E. L., Gould, C. W., Swift, E. H., und Niemann, C. Mikroelementaranalyse 295.

Bennett, H. S., und Yphantis, D. A. Bestimmung von Sulfhydrilgruppen 79.

Benesch, R., und Benesch, R. E. Amperometrische Bestimmung der Sulfhydrylgruppen 464.

Benesch, R. E., siehe Benesch, R.

Berenblum, I., und Chain, E. Colorimetrische Phosphorbestimmung 148.

Berg, R., siehe Gawron, O.

Bergner, K. G., siehe Bremanis, E.

Berkem, R., siehe Carrière, E.

Berkhout, H. W., und Goossens, N. Kupferbestimmung in Mischfutter 238.

Berl, W. G. Physical Methods in Chemical Analysis 361 [L].

Bernoulli, F. Wolframbestimmung als Bleiwolframat 145.

Bernstein, R. B., siehe Knapp, O. E.

Berthier, R. M. Silicium-Bestimmung in Aluminium 64.

Bertiaux, L. Apparat zur Destillation von $AsCl_3$ 220. — Nephelometrische Arsenbestimmung 221.

Bertram, F., siehe Sass, O. E.

Beshgetoor, A. W., siehe Stenger, V. A.

Bessot, L. Bestimmung der Novocainbase 302.

Betty, J., siehe Kolthoff, I. M.

Betz, J. D., und Noll, C. A. Härtebestimmung in Wasser 215, 393.

Beythien, A. Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker 440 [L].

Bickoff, E. M., siehe Thompson, C. R.

Biedermann, W., und Schwarzenbach, G. Härtebestimmung in Wasser 392.

Bigelow, W. D., Smith, H. R., und Greenleaf, C. A. Analyse von Tomatenpürees und Ketchups 284.

Bishop, E., und Crawford, A. B. Titration zuckerhaltiger Eisenlösungen 48.

Black, R. M. Bestimmung von Antimon und Zinn in Kabelmantellegierungen 63.

Blaedel, W. J., und Panos, J. J. Bestimmung freier Salpetersäure in Aluminiumnitratlösungen 236.

Block, A., siehe Dunn, M. S.

Block, J. Photoelektrische Tüpfelmethode 222.

Block, R. J. Bestimmung von Threonin und Serin 348.

Block, R. J., und Bolling, D. Bestimmung von Threonin 339, 348.

Block, R. J., und Mitchell, H. H. Bestimmung von Threonin 348.

Blokh, G. A., siehe Kul'berg, L. M.

Blum, A., siehe Horn, M. J.

Blumrich, siehe Bandel.

Bode, H. Die Bestimmung des Tellurs und seine Trennung von Selen mittels Tetraphenylarsoniumchlorid 100 [Or]. — Siehe auch Fresenius-Jander, Handbuch d. anal. Chemie 433.

Bodea, C., siehe Jonescu, V.

Bodger, W. H., siehe Brady, O. L.

Bodländer, E., siehe Auerbach, F.

Bodor, A., siehe Erdey, L.

Boer, H., und Goedkoop, J. A. Infrarot-Analyse der Gemische von Glyoxim, Methylglyoxim und Dimethylglyoxim 115.

Boettcher, A., und Hellwig, E. Quantitative Analyse binärer Legierungen 430.

Bojko, E. V. Alkaloidbestimmung in der Lupine 400.

Boldingh, J., und Drost, J. R. Bestimmung von Vitamin A in Margarine 286.

Bolliger, A. Bestimmung des Calciums 214.

Bolling, D., siehe Block, R. J.

Boltz, D. F., und Mellon, M. G. Bestimmung von Germanium 82. — Colorimetrische Siliciumbestimmung 65.

Bonnier, E. Rückgewinnung von Uranylacetat 132.

Bonnier, M. E. Bestimmung von Kieselsäure neben viel Fluorid 143.

Bost, R. W., und Nicholson, F. Identifizierung der Phenole mit Dinitrochlorbenzol 183.

Bottomley, G. A. Nachweis von Kupfer(II)- und Eisen(III)-Ionen 202.

Botvinnik, M. M., Gaukhman, G. Ya., und Severin, J. S. Nachweis von Serin 338.

Boulanger, P., und Osteux, R. Bestimmung von Glutamin in Blutplasma 468.

Bourdon, D. Zusammensetzung des Kalium-Natriumsalzes der Hexanitrito-kobalt(III)-säure 132.

Bourson, M. Nachweis von Zinn in Aluminiumlegierungen 449.

Boyd, M. J., und Logan, M. A. Mikrobiologische Bestimmung von Threonin und Serin 340.

Boyle, A. J., und Musser, D. F. Abtrennung von Aluminium als basisches Succinat 356.

Brack, Ch., siehe Meyer, H. J.

Brady, O. L., und Bodger, W. H. Reaktion der Oxybenzaldehyde mit Natriumäthylat 183.

Brady, R. S., siehe Jones, H. M.

Bradbury, F. R., und Edwards, G. E. Titration von Eisen(III)-Ion in salpetersaurer Lösung 47.

Brain, F. H. Bestimmung von Trichloräthylen in Luft 384.

Brantley, I. C., siehe Moeller, T.

Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 363 [L].

Brauer, G., und Renner, H. Über den Nachweis von Arsen in Germaniumdioxyd 9 [Or].

Braun, W. G., Spooner, D. F., und Fenske, M. R. Ramanspektren 116. — Siehe auch Fenske, M. R.

Breckenridge, Lewis und Quick. Colorimetrische Kupferbestimmung 201.

Bremanis, E., und Bergner, K. G. Nachweis von α-Naphthylthioharnstoff 290.

Brennecke, E., Fajans, K., Furman, N. H., Lang, R., und Stamm, H. Neuere maßanalytische Methoden 362 [L].

Brice, siehe Porter 457.

Brice, B. A., siehe Swain, M. L., sowie Willits, C. O.

Bricker, C. E., und Vail, W. A. Formaldehyd-Mikrobestimmung mit Chromotropsäure 224.

Brintzinger, H. Reduktion von Molybdat mit Ascorbinsäure 82.

Brissand, L., und Perriot, G. Bestimmung von Furfurol 438.

British Standards Institution. Bestimmung von Chrom in Ferrochrom 71. — Bestimmung von Zinn in Werkzeugstahl 67.

Britske, E. V., und Dragunow, S. S. Bestimmung von Pyrophosphat 17.

Brockmann. Hydroxyd-Trennungsgang in der qualitativen Analyse 116.

Brode, W. R., siehe Wesp, E. F.

Bronk, L. B., siehe Balis, E. W.

Brown, R. A., und Swift, E. H. Coulometrische Bestimmung von Antimon 38.

Bryant, W. M. D., siehe Mitchell, J. jr.

Buchegger, E., siehe Fischer, R.

Buck, J. B., Keister, M. L., und Zelle, M. R. Mikrobüretten- und Mikroinjektionspipetten 127.

Buckles, R. E., und Thelen, Ch. J. Nachweis von Carbonsäureestern 226.

Budwig, J., siehe Kaufmann, H. P.

Buechler, P. R., siehe Weiss, H. V.

Bürger, K. Kaliumaufschluß organischer Verbindungen 378.

Bürgin, A., siehe Mühlemann, H.

van den Bulcke, A., siehe Thomas, G.

Bull, H. B., Hahn, J. W., und Baptist, V. H. Photoelektrische Tüpfelmethode 222.

Burriel-Martí, F., und Fernández-Caldas, E. Qualitativer Analysengang 117.

Burriel-Martí, F., und S. Arribas Jimeno. Nachweis von Calcium neben Barium und Strontium 213.

Burriel-Martí, F., und Lucena-Conde, F. Bestimmung von Quecksilber(I)-salzen 138.

Burrows, S. Oxalatbestimmung in biologischem Material 465.

Burton, F., siehe Belcher, R.

Bussmann, G. Mikroschwefelbestimmung 373.

Butler, L. J., und Allen, H. O. Trennung des Kobalts von Nickel 204.

Butts, H. A., siehe Evans, R. J.

Buyze, H. G. Bestimmung des Wassergehaltes 280.

Buzás, H., siehe Erdey, L.

McCabe, E. T., siehe Feinstein, L.

Caldwell, J. R., und Moyer, H. V. Trennung des Zinks von Aluminium 356.

Caley, E. R., Gordon, L., und Simmons, G. A. jr. Bestimmung von Zink 134. — Siehe auch Gordon, L.

Camien, M. N., siehe Dunn, M. S.

McCamley, W., Scott, T. E. L., und Smart, R. Bestimmung von Natrium in Aluminium 448.

Capuano, L., siehe Rosenthaler, L.

Carlton, J. Darstellung von Diphenylguanidin 123.

Carlton, J. K., siehe West, Ph. W.

Carr, C. W., siehe Kolthoff, I. M.

Carrière, E., und Berkem, R. Wolframbestimmung als Bleiwolframat 145.

Carroll, J., siehe Geld, J.

Carson, W. N. jr. Coulometrische Mikrobestimmung von 8-Oxychinolin 38.

Carter, H. E., siehe West, H. D.

Caswell, M. C., siehe Stokes, J. L.

Cefola, M., Andrus, W. S., Miccioli, Br. R., und Yanowski, L. K. Colorimetrische Bestimmung von Eisen 49.

Čepik, M. N. Bestimmung von Kobalt in Nickelelektrolyten und im Nickelmetall 53.

Cerecedo, L. R., siehe Soodak, M.

Černyi, A. T., und Podojnikova, K. V. Schwefelbestimmung in pflanzlichen und tierischen Substanzen 464.

Chain, E., siehe Berenblum, I.

Chamberlain, N. S., und Glace, J. R. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 391.

Chen, Wei Kuan, siehe Fischer, R. B.

Christensen, B. V. und Abdel-Latif, I. A. Mikronachweis von Anthrachinonderivaten 459. — Untersuchung von Sennablättern 458.

Christian, W. A., siehe Money, R. W.

Claassen, A., siehe Fresenius-Jander. Handbuch d. anal. Chem. 433.

Clar, L. C., siehe Lappin, G. R.

Clark, F. D., siehe Saifer, A.

Clark, H. S. Mikrobestimmung von Fluor in organischen Substanzen 379.

Clark, K. G., siehe Madorski, S. L.

Clark, R. H., und Streight, H. R. L. Elektromerie der Cyanhalogenverbindungen 162.

Clark, S. J., siehe Belcher, R.

Clark, W. Potentiometrische Chlorbestimmung 234.

Clarke, F. E. Chlorbestimmung im Wasser 60. — Bestimmung von Chlorid mit Mercurinitrat 393.

Clift, F. P., und Cook, R. P. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.

Cohen, A. J., siehe Moeller, Th.

Cohen, H., und Bates, R. W. Bestimmung von Progesteron 304.

Cole, J. W., siehe Salsbury, J. M.

Collat, J. W., siehe Lingane, J. J.

Connelly, J. A., siehe Willits, C. O.

Connors, J. J. Härtebestimmung in Wasser 215.

Conrad, L. J., siehe West, Ph. W.

Consden, R., Gorden, A. H., und Martin, A. J. P. R_F-Werte der Zuckerarten 256.

Cook, R. P., siehe Clift, F. P.

Cooke, W. D., und Furman, N. H. Coulometrische Bestimmung von Cer-(IV)-sulfat und Kaliumbichromat 39.

Cooper, M. D., und Winter, P. K. Bestimmung von Vanadin in Stahl 68.

Cope, W. C., und Barab, J. Fällung von Dinitrophenol mit Nitron 185.

Corbett, J. A. Bestimmung von Eisen und Mangan in Titanmetall 64.

McCormick, R. H., siehe Fenske, M. R.

Corwin, J. F., Dresel, A. P., und Osuch, G. E. Konduktometrische Magnesiumbestimmung 212.

Courtois, J., siehe Fleury, P.

Cox, H. E. Bestimmung von Vitamin D 443.

McCoy, R. H., Meyer, C. E., und Rose, W. C. Identifizierung des Threonins 337.

Craig, L. C. Gegenstromverteilung 199.

Cramer, F. Ausschneidemethode der Papierchromatographie 335.

Crawford, A. B., siehe Bishop, E.

McCready, R. M., und Hassid, W. Z. Verbrennungsgemisch nach van Slyke-Folch 464.

McCready, R. M., siehe Pippen, E. L.
Criegee, R. Jodometrische Bestimmung der Peroxyverbindungen 7.
Criegee, R., Kraft, L., und Rank, B. Bestimmung der Glykole 339.
Croall, G. Anwendung von Perchlorsäure in der Eisenhüttenbetriebsanalyse 77.
Cronheim, G., siehe Ware, P. A.
Čulanovskij, W. M. Analyse von Mehrstoffgemischen 129.
Čulanovskij, W. M., Adrianow, A. F., und Rubinowitsch, B. I. Differentialabsorptiometer 129.
McCulloch, F. W., siehe Walton, W. W.
Cummings, Ph. F., siehe Sandell, E. B.
Curtis, J. A., siehe Silverthorn, R. W.
McCutcheon, Th. P., siehe Baker, L. C. W.
De Cuto. Hydroxyd-Trennungsgang in der qualitativen Analyse 116.
Dacenko, O. V., siehe Usatenko, Ju. I.
van Dalen, E., und de Vries, G. Tüpfelnachweis von Kieselsäure 143.
Dallemagne, J. Apparat zur Carbonatbestimmung 217.
Davidson, J. A., siehe Evans, R. J.
Davies, C. W., siehe Stock, D. J.
Davies, G. R., und Morgan, G. Fällung des Germaniums mit Tannin 144.
Dechene, Earl B. Bestimmung von Rutin in Tabletten 457.
Dechering, F. J. A. Photoelektrisches Colorimeter 128.
Deinum, H. W., und Schouten, A. Sauerstoffbestimmung in organischen Substanzen 369.
Delga, J. Bestimmung von Theophyllin 312.
Demelius, F., siehe Awe, W.
Dennis, L. M., und Johnson, E. B. Spektroskopischer Nachweis von Arsen in Germaniumdioxyd 10.
Dense, N. E. Apparat zur Ferrobestimmung 156.
Densham, A. B., siehe Armstrong, W. E.
Dergus, D., siehe Levy, G. B.
Desbaumes, P., siehe Deshusses, J.
Deshusses, J. Mohlersche Reaktion der Benzoesäure 231.
Deshusses, J., und Desbaumes, P. Bestimmung der halogenierten Kohlenwasserstoffe in coffeinfreiem Kaffee 443.
Deshusses, J., siehe Terrier, J.
Deuel, H. J., siehe Baudisch, O.
Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft. Deutsche Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten 444 [L].
Dewald, W., und Schmidt, H. Beiträge zur analytischen Bestimmung der verschiedenen Phosphate nebeneinander. I. 17 [Or].
Dewald, W., und Schmidt, H. Beiträge zur analytischen Bestimmung der verschiedenen Phosphate nebeneinander. II. Die Bestimmung von Pyrophosphat und hochpolymerem Metaphosphat nebeneinander 86 [Or].
Dewald, W., und Schmidt, H. Beiträge zur analytischen Bestimmung der verschiedenen Phosphate nebeneinander. III. Die Bestimmung von Pyrophosphat und hochpolymerem Metaphosphat nebeneinander 245 [Or].
Deysson, G. Bestimmung kleiner Mengen Antipyrin 454.
Díaz-Flores, C. A., siehe Ríus-Miró, A.
Dickinson, D., und Harris, F. J. T. Papiertest für Citrussäfte 283.
Diding, E., und Hellberg, H. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.
Diehl, Harvey, Goetz, C. A., und Hach, C. Härtebestimmung in Wasser 215.
Diehl, siehe Reed.
Diehl, H., siehe Voter, R. C.
Diels, O. Einführung in die organische Chemie 365 [L].
Dietrich, R., siehe Seeler, Th.
Diemair, W., und Baier, R. Verfahren zur Mikrobestimmung des Phosphors, Druckfehlerberichtigung 468.
Diemair, W., Fresenius, W., und Arnold, F. Titration gefärbter Ascorbinsäurelösungen 412.
Diemair, W., siehe Koch, J.
Dirscherl, A., siehe Ebert, L.

Dobbins, J. T., und Norman, J. H. Nachweis von Zink 134.
Dobkins, Mackham, Edwards und Gilreath. Qualitativer Analysengang 116.
Döbereiner. Goethe und die Katalyse (Mittasch) 429 [L].
Domange, L. Bestimmung von Menthol in Lakritzenpastillen 307.
Dombrow, M. Quecksilberbestimmung in Quecksilbersalicylat 301.
McDonnell, F. R. M., und Wilson, C. L. Analysengang ohne Anwendung von Sulfid-Ion 116.
McDonnell, F. R. M., siehe El-Badry, H.
Doty, D. M., siehe Martin, J. B.
Drabbin, D. L. Kupferbestimmung in Gegenwart von Wismut 204.
Dragunow, S. S., siehe Britske, E. V.
Dresbach, M., siehe Knudson, A.
Dresel, A. P., siehe Corwin, J. F.
Drevon, B., und Laffitte, G. Bestimmung von Morphin 312.
Drost, J. R., siehe Bolding, J.
Duckert, siehe Wenger.
Dunleavy, R. A., Wiberley, St. E., und Harley, J. H. Kupferbestimmung in Stahl und Gußeisen 66.
Dunn, M. L., siehe Abrams, R. E.
Dunn, M. S., Shankman, N. S., Camien, M. N., und Block, D. Mikrobiologische Bestimmung von Threonin 340, 348.
Dupuis, Th. Bestimmung von Blei als Bleiwolframat 145.
Dupuis, Th. Bestimmung von Oxin 234.
Duval, Cl. Reaktionen auf Rhenium 47.
Duval, Th., siehe Peltier, S.
Dwyer, F. P., und Gibson, N. A. Bestimmung von Osmium in organischen Verbindungen 379.
Dwyer, F. P., und Gibson, N. A. Mikrobestimmung von Cadmium 135.
Dwyer, J. M., siehe Stokes, J. L.
Dyke, E., siehe Bagshawe, B.

Ebert, L., und Dirscherl, A. Bestimmung von Gold in Goldoleosolen 210.
Echegoyen, M. B., siehe Giral, J.
Edgell, W. F., siehe Vanderzee, C. E.
Edwards, G. E., siehe Bradbury, F. R.
Edwards, L. E., u. Mitarb. Bestimmung von Threonin 348.
Edwards, siehe Dobkins.
Effenberger, E. Beschreibung einer Methode zur quantitativen Bestimmung der oxydierend wirkenden Beimengungen der Luft 106 [Or].
Eggertsen, F. T., und Roberts, R. M. Sauerstoffbestimmung in Metalloxyden 159.
Eglof, W. K., siehe Hazel, W. M.
Ehrhorn, H. J., siehe Riedel-de Haen A.-G.
Eidinoff, M. L. Messung von Radiokohlenstoff ^{14}C 127.
Eisner, A., siehe Swain, M. L.
Eitel, A. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.
Elliott, D. F., und Neuberger, A. Biologische Bedeutung des Threonins 337.
Elser, E. Bestimmung der Kohlenhydrate im Honig 279.
Elsermann, E., und Wunderlich, G. Zur jodometrischen Sulfattitration 97 [Or].
Elvehjem, C. A., siehe Greenhut, J. T.
Elving, Ph. J., und van Atta, R. E. Bestimmung von Barium, Strontium und Calcium 216.
Elving, P. J., und Lamkin, J. C. Bestimmung des Zinks 134.
Elwyn, D., siehe Weissbach, A.
Endröi, P., siehe Schulek, E.
Englis und Fliess. Bestimmung der Aminosäuren 468.
Erdey, L., und Bodor, A. Ascorbinometrische Eisenbestimmung 22.
Erdey, L., und Bodor, A. Colorimetrische Mikrobestimmung des Germaniums 81 [Or].
Erdey, L., Bodor, A., und Buzás, H. Ascorinometrische Bromatbestimmung 412 [Or].
Erdey, L., Bodor, A., und Buzás, H. Ascorbinometrische Jodat- und Jodidbestimmung 22 [Or].
Erler, O., siehe Ley, H.
Esafow, V. S., und Stafeeva, N. M. Anwendung der Jodoformreaktion 437.

Essner, W., siehe Rohrlich, M.

v. Euler, H., und Hasselquist, H. Reduktone 463 [L].

Evans, H. J., Purvis, E. R., und Bear, F. E. Molybdänbestimmung in Pflanzen 159.

Evans, R. J., Butts, H. A., Davidson, J. A., und Bandemer, S. L. Mikrobiologische Bestimmung von Threonin und Serin 340, 348.

Eyre, siehe Young.

Fabre, R. Bestimmung von Codein 316.

Fabre, R., Truhaut, R., und Péron, M. Bestimmung von Benzol und Toluol in Lösungsmittelgemischen und in der Luft 387.

Facukty, J. Bestimmung von Serin 340.

McFadyen, D. A., siehe van Slyke, D. D.

Fajans, K., siehe Brennecke, E.

Farrington, P. S., und Swift, E. H. Coulometrische Bestimmung von Arsen 38. — Siehe auch Ramsey, W. J.

Farhan, F. Bestimmung von Magnesiumspuren in Reinaluminium 449.

Fast, H., siehe Scharrer, K.

Fastovsky, V. G. Bestimmung von Krypton 132.

Fehér, F., und Heuer, E. Schwefelbestimmung in Zinkblenden 153.

Fehér, F., siehe Brauer, G. Handbuch 363.

Feigl, F., und Krumholz, P. Tüpfelnachweis von Kieselsäure 143.

Feigl, F., und Schaeffer, A. Oxydative Zersetzung organischer Substanzen 367.

Feinstein, H. J. Mikrobestimmung von Nickel 54.

Feinstein, L., und McCabe, E. T. Nachweis von Nicotin, Nornicotin und Anabasin 311.

Felix, K., und Pendl, J. Bestimmung von Threonin in Torula-Hefen 348, 350.

v. Fellenberg, Th. Bestimmung des Invertzuckers 279.

Fenske, M. R., Braun, W. G., Wiegand, R. V., Quiggle, D., McCormick, R. H., und Rank, D. H. Ramanspektren organischer Verbindungen 116. — Siehe auch Braun, W. G.

Fenton, H. Induzierende Wirkung des Systems Fe^{II} + Wasserstoffperoxyd 410.

Fernandez, O., Socias, L., und Torres, C. Bestimmung der Carbonylgruppe 189.

Fernández-Caldas, E., siehe Burriel-Martí, F.

Feuer, I. Mikrowaage 129.

Fidler, J. Bestimmung von Vanadat, Chromat, Molybdat und Wolframat 40.

Finn, E. J., siehe Mack, H.

Fiori, L. Volumetrische Bleibestimmung 145.

Fischer, E., und Leuchs, H. Serin, Zusammensetzung 338. — Siehe auch Wieland, Th.

Fischer, R., und Buchegger, E. Bestimmung von Strychnin neben Brucin 319. — Trennung der Cocain-Novocain-Gemische 303.

Fischer, R. B., und Chen, Wei Kuan. Konduktometrische Sulfatbestimmung 149.

Fischer, R. B., Parsons, D. B., und Morrison, G. A. Zuckerbestimmung durch Papierchromatographie 255, 335.

Fischer, R. B., und Sprague, R. S. Fällung von Benzidinsulfat 149.

Fitt, T. C., siehe Thomas, M. D.

Flaschka, H. Mikrobestimmung von Eisen 48. — Mikro-Reduktorbürette 199. — Gehaltsbestimmung von Eisenoxydrot, Ocker und ähnlichem Material 237. — Titration von Eisen(III)-Ion mit Quecksilber(I)-nitratlösung 47.

Flaschka, H., und Jakobljevich, H. Thioacetamid als Fällungsreagens 36.

Flesch, P., und Kun, E. Bestimmung von Sulfhydrilgruppen im Gewebe 79.

Fleury, P., Courtois, J., und Grandchamp, M. Bestimmung von Serin 340.

Fliess, siehe Englis.

Fonrobert, E. Das Holzöl 446 [L].

Forist, A. A., und Speck, J. C. jr. Bestimmung von Acetol 228.

Fóti, Gy., siehe Schulek, E.

Francis, I., siehe Baistrow, S.

Frank, R., siehe Reclaire, A.

Franke, W. Eisen^{II}-Alkalitartrat-Komplexe 411. — Siehe auch Wieland, H.

Fraser, J. R., und Weston, R. E. Bestimmung von Kreidepräparaten in Mehl 56.

Frediani, H. A., siehe Mader, W. J.

Free, E. E. Gelatine als Filtrierhilfsmittel 354.

Freedman, A. J., und Hume, D. N. Bestimmung von Cer 140.

Freides, R., siehe Hier, S. W.

Fresenius, W., und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 2. Teil, Bd. VIIIb β 432 [L]. — Handbuch der analytischen Chemie 3. Teil, Bände IVb, Va γ, VIIa α 433 [L].

Fresenius, W., siehe Diemair, W.

Frey, H. E. Empfindlicher Nachweis von Tetramethylthiuramidsulfid in Gummimischungen 273 [Or]. — Über die Bestimmung der einzelnen mineralischen Füllstoffe in Gummimischungen 352 [Or].

Frey, M. Bestimmung von Phosphorsäure 148.

Friedel, R. A., siehe Orchin, M.

Friedrichs, F. Das Glas im chemischen Laboratorium 364 [L].

Fritz, J. C., siehe Hess, W. C.

Fritz, J. S. Titration von Basen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 123.

Fujiwara, K. Bestimmung von Trichloräthylen 384.

Funston, E. S., und Reed, S. A. Bestimmung von Sauerstoffspuren in Wismutmetall 452.

Furman, N. H., Morrison, G. H., und Wagner, A. F. Colorimetrische Bestimmung der Aminosäuren 468.

Furman, N. H. Siehe auch Brennecke, E., sowie Cooke, W. D.

Gable, R. S., siehe Gordon, W. B.

Gale, R. H., und Mosher, E. Bestimmung von Vanadium neben Uran 40.

Gale, R. H., siehe Guenther, R., sowie Rynasiewicz, J.

Gasser, F. Bestimmung von Naphtholen und Diazobasen 238.

Gassner, K., siehe Schöniger, W.

Gavioli, G., und Traldi, E. Zirkoniumbestimmung m. Mandelsäure 218.

Gawron, O., und Berg, R. Titration von Ascorbinsäure mit Dichlorphenolindophenol 401.

Gaukhman, G. Ya., siehe Botvinnik, M. M.

Gauthier, G. G. Einfluß von Verunreinigungen auf die elektrische Leitfähigkeit der Metalle 241.

Gehauf, B., und Goldenson, J. Thio-Michlers Keton als Reagens 118.

Geld, J., und Carroll, J. Bestimmung von Niob und Wolfram in Hochtemperaturstählen 69.

Gelissen, B., und Hermans. Bestimmung von Diacetylperoxyd 7.

Génot-Boulanger, Ch., siehe Mascré, M.

Gerber, A. B., und Miles, F. T. Bestimmung von Pyrophosphat 18.

Gerber, A. B., und Miles, F. T. Zusammensetzung des Grahamschen Salzes 92.

Gerhold, M., siehe Hecht 44.

Geuer, G. Photometrische Bestimmung von Metallen 137.

Gibson, N. A., siehe Dwyer, F. P.

Gibson, R. O., siehe Haslam, J.

Gilbreath, J. R., und Haendler, H. M. Trennung des Kupfers von anderen Metallen 203.

Gilmont, R. Manostaten 130.

Gilreath, siehe Dobkins.

Ginsberg, H. Colorimetrische Magnesiumbestimmung 358.

Giral, J., und Echegoyen, M. B. Bestimmung von Threonin 340.

Giselard, J. B., siehe Hirt, R. C.

Glace, J. R., siehe Chamberlain, N. S.

Glasgow, A. R. jr., Krouskop, N. C., und Rossini, F. D. Bestimmung von Gefrier- und Schmelzpunkten 127.

Glass, J. R., siehe Marks, H. C.

Gleu, K., und Schwab, R. Dithiocarbamate als Fällungsreagenzien 37.

Godbert, A. L., siehe Belcher, R.

Goedkoop, J. A., siehe Boer, H.

Goetz, C. A., siehe Diehl.

Goldberg, C. Schnellbestimmung von Wismut in Legierungen 63.

Goldenson, J., siehe Gehauf, B.

Golumbic, C. Trennung und Analyse von mehrkernigen Verbindungen durch Gegenstromverteilung 199.

Goossens, N., siehe Berkhout, H. W.

Gordieyeff, V. A. Colorimetrische Bestimmung kleiner Kupfermengen 205.

Gordon, A. H., siehe Consden, R., sowie Martin, A. J. P.

Gordon, L., und Caley, E. R. Bestimmung des Magnesiums 134.

Gordon, L., siehe Caley, E. R.

Gordon, W. B., Semmett, W. F., Gable, R. S., und Morris, M. Bestimmung von Threonin und Serin 348.

Gottlieb, A. Eisenbestimmung im Quarz 155.

Gottlieb, A., siehe Hecht, F.

Gouch, G., siehe Armstrong, W. E.

Gould, C. W., siehe Bennett, E. L.

Gould, T. C., und Hine, C. H. Bestimmung von Barbitursäurederivaten 465.

Graham. Bestimmung von Gesamtchrom in Abwässern 429.

Graham, C. E., siehe Hier, S. W.

Gramacho, D. Reaktion auf Nickel 54.

Gran, G. Bestimmung des Äquivalenzpunktes bei potentiometrischen Titrationen 124.

Grandchamp, M., siehe Fleury, P.

Grant, H. S., und Jones, J. H. Bestimmung der Cinchona-Alkaloide 318.

Grant, W. M. Bestimmung von Schwefeldioxyd 157.

Grant, W. M. Nachweis von schwefliger Säure 276.

Green, A. C., siehe White, F. D.

Green, L. W. Reaktion von Catnip-Öl mit Phenylhydrazin 306.

Green, W. M., siehe Martin, M. E.

Greenberg, A. E., Weinberger, L. W., und Sawyer, Cl. N. Bestimmung von Phosphat in Wasser 60.

Greenberg, S., siehe Norwitz, G.

Greenhut, J. T., Schweigert, B. S., und Elvehjem, C. A. Mikrobiologische Bestimmung von Threonin 340, 348.

Greenleaf, C. A., siehe Bigelow, W. D.

Griess, P. Reaktion von o-Diaminobenzol mit Ferrichlorid 33.

Griessbach, R. Austausch-Adsorbentien in der Lebensmittelindustrie 441 [L].

Griffon, H., und Péronnet, M. Bestimmung von Codein 315.

Grosse, A. V., siehe Kirshenbaum, A. D.

Grubitsch, H. Anorganisch-präparative Chemie 363 [L].

Grünwald, A., siehe Hecht, F.

Grundmann, W., siehe Hiltner, W.

Gstirner, F. Chemisch-physikalische Vitaminbestimmungsmethoden für das chemische, physiologische und klinische Laboratorium 440 [L].

Guarino, L. Nachweis von Morphin 312.

Guenther, R., und Gale, R. H. Bestimmung von Silicium in Vanadium und in Uran 453.

Guenther, R., siehe Rynasiewicz, J.

Gulland, J. M., und Macrae, T. F. Fällung der Purine 458.

Gunness, M., siehe Stokes, J. I.

Gusev, S. I. Photonephelometrische Quecksilberbestimmung 139.

Guthrie, J. D., siehe Pons, W. A.

van der Haar, R. W., Voter, R. C., und Banks, Ch. V. Darstellung von 1,2-Cycloheptandiondioxim 56.

Hach, C., siehe Diehl.

Hadorn, H., und Jungkunz, R. Zuckerbestimmung 277.

Hägg, G. Die theoretischen Grundlagen der analytischen Chemie 361 [L].

Hähnel, S. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.

Hähnel, S., und Lennerstrand, M. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.

Haendler, H. M., siehe Gilbreath, J. R.

Hahn, F. L. Bestimmung von Calcium und Magnesium 215. — Bleibestimmung in Zinkmaterialien 152. — Füllvorrichtungen für Pipetten und Büretten 200. — Trennung der Halogene durch Destillation 163.

Hahn, J. W., siehe Bull, H. B.

Hahn, R. B., und Mullins, R. Nachweis von Carbonat 216.

Haines, W. J., siehe Rose, W. C.

Hales, J. L. Bestimmung von 4-Methyl - 2,6 - Ditertiär - Butyl - Phenol 116.

Hall, A. J., und Young, R. S. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt 51.

Halla, F. Kristallchemie und Kristallphysik metallischer Werkstoffe 364 [L].

Haller, H. L., siehe Schlechter, M. S.

Haller, P. Bestimmung von Schwefeldioxyd 157.

Hallinan, F. J. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 391.

Hal'perin, L. V. Aluminium, Bestimmung als Benzoat 356.

Hamm, R. E., siehe Nimer, E. L.

Hamming, W. J., siehe Mader, P. P.

Hammond, G. L. Nachweis von Titan in Gummimischungen 354.

Hanna, J. G., siehe Siggia, S.

Hansen, A. Bestimmung von Gesamtchrom in Abwässern 427.

Hanssen, W. J., siehe Pieters, H. A. J.

Harley, J. H., siehe Dunleacy, R. A.

Harris, Ch. C., Smith, D. M., und Mitchell, J. jr. Sauerstoffbestimmung in organischen Substanzen 369.

Harris, F. J. T., siehe Dickinson, D.

Harris, F. R. Bestimmung des zweiwertigen Eisens in Silicaten 156.

Harris, L. E., siehe Zapotocky, J. A.

Harrison, J. W. E., siehe Martin, E. W.

Harrison, T. S., und Storr, H. Chrombestimmung in Roheisen, Gußeisen oder Stahl 70.

Harvey, siehe Diehl.

Haslam, J., Moses, G., Allberry, E. C., Gibson, R. O., und Williamson, A. T. Bestimmung von Brom und Bromverbindungen 234.

Hassan, Z., siehe El Ridi, M. S.

Hasselquist, H., siehe v. Euler, H.

Hassid, W. Z., siehe McCready, R. M.

Hastings, A. B., siehe van Slyke, D. D.

Hatcher, J. T., und Wilcox, L. V. Bestimmung von Bor in Wasser 61.

Hayase, K., siehe Sudo, T.

Hayes, R. A., siehe Schechter, M. S.

Hazel, W. M., und Eglof, W. K. Bestimmung von Calcium 358.

Hazel, W. M., und Ogilvie, G. H. Bestimmung von Bor 152.

Hecht, F., und Gerhold, M. Bestimmung von Uran neben Phosphorsäure 44.

Hecht, F., und Gottlieb, A. Bestimmung von Mangan in Gläsern 46.

Hecht, F., und Grünwald, A. Bestimmung von Blei in Monazit 43.

Hecht, F., und Lamac-Brunner, G. Mikrobestimmung von Gold 209.

Hecht, F., und Korkisch, F. Bestimmung von Blei in Monazit 43. — Bestimmung von Uran in Monazit 44.

Hecht, H. Präparative anorganische Chemie 362 [L].

Heether, M. R., siehe Shreve, O. D.

Hegge, L. A., siehe van Nieuwenburg, C. J.

Hehmann, X., siehe Kapron, X.

Hein, F., siehe Fresenius-Jander, Handbuch d. anal. Chem. 433.

Heinerth, E. Bestimmung von Metaphosphat 87.

Helger, B. Ionenreduktor 126.

Hellberg, H., siehe Diding, E.

Hellwig, E., siehe Boettcher, A.

Henderson, L. M., und Snell, E. E. Bestimmung von Threonin und Serin 348.

den Herder, P. C., und Krol, B. M. Bestimmung von Kupfer, Eisen und Mangan in Butter 57.

Hermans, siehe Gelissen, B.

Herrmann, E. Analyse von Natriumaluminatlösungen 154.

Hess, W. C., Kramke, E. H., Fritz, J. C., und Howard, H. W. Bestimmung von Threonin 348.

Heuer, E., siehe Fehér, F.

Hier, S. W., Graham, C. E., Freides, R., und Klein, D. Bestimmung von Threonin 348.

Higashi, A., und Peters, L. Bestimmung von Inulin im Plasma und Urin 78.

Higuchi, T. Bestimmung funktioneller Gruppen 199. — Siehe auch Lintner, C. J., sowie Tyler, W. P.

Hiller, A., siehe van Slyke, D. D.

Hiltner, W., und Grundmann, W. Elektrometrische Titration von Cadmium 136.

Hine, C. H., siehe Gould, T. C.

Hirt, R. C., und Giselard, J. B. Bestimmung von Parathion in der Luft 385.

Hobson, R. P. Bestimmung der Semicarbazone 188.

Hockenhull, D. J. D. Gerät zur C-Bestimmung in biologischem Material 463.

Hodson, A. Z., und Krueger, G. M. Bestimmung von Threonin 348.

v. Hoene, J., siehe Stanley, J. K.

Hofmann, U., und Rüdorff, W. Anorganische Chemie 198 [L].

Holeton, R. E., und Linch, A. L. Bestimmung von Schwefelspuren in organischen Verbindungen 374.

Holland, B. R., Meinke, W. W., und Sample, M. B. Wuchswirkung von Serin und Threonin 338.

Holleman-Richter. Lehrbuch der organischen Chemie 365 [L].

Holloway, D. G., siehe Allen, J. A.

Holmes, K. E. Theobrominbestimmung in Kakaoprodukten 442.

Holness, H. Bestimmung von Germanium 144.

Holowchak, J., siehe Rehner, J. jr.

Holz, G., siehe Wilharm, G.

Holzbecher, Z., siehe Hovorka, V.

Hooreman, M. Verbindungen von Nickelperoxyd mit Dimethylglyoxim 55.

Horn, M. J., Jones, D. B., und Blum, A. Mikrobiologische Bestimmung von Threonin und Serin 340, 348.

Horvai, R. Colorimetrische Kupferbestimmung mit Tetrabromphenolphthalein 206. — Siehe auch Kocsis, E. A.

Hoste, J. Nachweis von Kupfer 201.

Houghton, G. U. Bestimmung des Restchlors bei Wasserchlorierungen 391.

Houston, F. G. Jodbestimmung in pflanzlichem Material 159.

Hovorka, V., und Holzbecher, Z. Bestimmung des Cadmiums 135. — Mikronachweis von Mangan 45.

Howard, H. W., siehe Hess, W. C.

Hubach, C. E., und Jones, F. T. Reaktionen von Methadonhydrochlorid 396.

Hucknall, E., und Turfitt, G. E. Identifizierung von Sulfonamiden 295.

Huelin, E., und Stephens, J. Titration von Ascorbinsäure neben Eisen-(II)-salz mit Dichlorphenolindophenol 401.

Hünig, S. Bestimmung des Formaldehyds 333.

Huffman, E. W. D., siehe Steyermark, Al.

Hughes, I. W., und Young, G. T. Bestimmung der chemischen Reinheit 431.

Hulme, C. A., siehe Arthington, W.

Hultzsch, K. Chemie der Phenolharze 447 [L].

Hume, D. N., siehe Freedman, A. J.

Huré, J., und Ortis, Th. Bestimmung von Kieselsäurespuren 144.

Hurka, W. Genauigkeit der Ablaufbürette 323.

Hutschings u. Mitarb. Reduktion von Folsäure 308.

Hynes, W. A., Yanowski, L. J., und Ransford, J. E. Tüpfelnachweis von Gold 208.

Imperial Chemical Industries. Standardisation der Maßlösungen 121.

Ingols, R. S., siehe Munger, J. R.

Ingram, G., siehe Belcher, R.

Invernizzi, I., siehe Sampietro, C.

Itzerott, H. Gegenseitige Aktivierung von DDT und Hexachlorcyclohexan 267.

Ivie, J. O., siehe Thomas, M. D.

Iwainsky, H., siehe Täufel, K.

Jaboulay, B. E. Bestimmung von Chrom und Vanadium in Stahl 71.

Jaboulay, E. Bestimmung von Molybdän in Schnelldrehstählen 74.

Jaccard, F., siehe Wenger, P. E.

Jackson, D. E., siehe Moeller, Th.

Jackson, H. Natriumbestimmung in Tonerde 154.

Jahn, H., siehe Pawlek, F.

Jakobljevich, H., siehe Flaschka, H.

Jakovleva, O. A., siehe Sistermann, K. A.

James, W. O., und Kilbey, N. Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 300.

Jander, G., siehe Fresenius, W.

Jean, M. Arsenatbestimmung als Zirkoniumarsenat 221. — Manganbestimmung nach Procter-Smith 45. — Oxydation von Jodid zu Jodat 30.

Jensen, S. Apparat zur Kohlendioxydbestimmung 217.

Jewsbury, A., und Osborn, G. H. Analysenverfahren mit Ammoniumbenzoat 119.

Jimeno, S. A., siehe Burriel-Martí, F.

Jindra, A., und Pohorsky, J. Alkaloidbestimmung durch Ionenaustausch 397.

Johnson, E. A., und Johnson, W. C. Zinknachweis in Kobaltsalzen 158.

Johnson, E. B., siehe Dennis, L. M.

Johnson, J. E., siehe Rose, W. C.

Johnson, M. J., siehe Olson, B. H.

Johnson, T. B., siehe Wheeler, H. L.

Johnson, W., und Simmons, M. Reaktion auf Nickel 54.

Johnson, W. C., siehe Johnson, E. A.

Jones, D. B., siehe Horn, M. J.

Jones, F. T., siehe Hubach, C. E.

Jones, H. M., und Brady, R. S. Bestimmung von Antihistaminpräparaten 396.

Jones, J. H., siehe Grant, H. S.

Jones, L. T. Bestimmung von Hexametaphosphat 87.

Jonescu, V., und Bodea, C. Bestimmung des Formaldehyds 334.

Jordis, E. Kieselsäurebestimmung 355.

Jordis, E., und Ludewig, W. Calciumbestimmung in Silicaten 355.

Josse, M. A. Bestimmung des Wassergehaltes 280.

Jouslin, D. Hypochlorit-Bestimmungsmethoden 434.

Juday, C., siehe Knudsen, H. W.

Jüstel, B., siehe Fresenius-Jander, Handbuch d. anal. Chemie 433.

Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.

Kahane, E., und Korach, St. Einstellung von 0,1 n Flüssigkeiten 122.

Kahane, E., siehe Belcher, R., und Godbert, Méthodes ... 366.

Kainz, G. Mikrobestimmung von Jod in organischen Substanzen 378. — Mikro-C-H-Bestimmung 368.

Kallmann, S. Analyse von Schwerspat 235.

van der Kammer, J. Zuckerbestimmung 336.

Kapron, X., und Hehmann, X. Molybdänbestimmung in Stahl 75.

Karl-Kroupa, E., siehe Fresenius-Jander, Handbuch d. anal. Chemie 433.

Karrer, P. Lehrbuch der organischen Chemie 435 [L].

Karsten, P., Rademaker, S. C., und Walraven, J. J. Absorptiometrische Kupferbestimmung 203.

Katz, M. Schwefeldioxydbestimmung in der Atmosphäre 380.

Kaufmann, H. P., und Budwig, J. Radiometrische Papierchromatographie 335.

Kaufman, M., Williams, A. F. Bestimmung von Acenaphthylen 239.

Kaufmann, O., siehe Ballczo, H.

Kaye, S., und Adams, A. C. Bestimmung von Triäthylenglykol in der Luft 384.

Kay, L. M., siehe Schroeder, W. A.

Kegel, J., Bestimmung des p_H-Wertes in Niederschlagswässern 110.

Keister, M. L., siehe Bucker, J. B.

Kelly, K. L., siehe Martin, M. E.

Kennedy, E. E. Bestimmung der Digitalis-Glucoside 460.

Kenyon, C., Ovenston, T. C. J., und Parker, C. A. Absorptiometrische Bestimmung des Kaliums 133.

Kervenski, I. R., siehe Siggia, S.

Kessler, F. Chemische Induktion 425.

Kethely, T. W., siehe Silver, S. D.

Khoroshkin. Phosphat-Trennungsgang in der qualitativen Analyse 116.

Kilbey, N., siehe James, W. O.

Kilian, W. Bestimmung von Thallium in Zink- und Cadmiumlaugen 153.

Kilpatrick, M. D., siehe White, L.M.

Kirjakka, P., und Piha, P. Schnellbestimmung von Acetaldehyd 437.

Kirk, P. L., siehe Rosenberg, S.

Kirshenbaum, A. D., und Grosse, A. V. Schwefelbestimmung in organischen Verbindungen unter Anwendung von schweren Isotopen 372.

Kitaev, Ju. P. Bestimmung von Urotropin 289.

Kitamura, R., und Mitarbeiter. Oxydation von organischen Substanzen mit Wasserstoffperoxyd 154.

Kitson, R. E. Bestimmung von Kobalt, Kupfer und Eisen 53.

Kitson, R. E., und Mellon, M. G. Bestimmung von Germanium 82.

Klager, K. Bestimmung der Bromdinitromethylgruppe 232.

Klein, D., siehe Hier, S. W.

Kleinberg, J., siehe Seyb, E. jr. sowie Stephanou, S. E.

Klement, R., siehe Fresenius-Jander. Handbuch d. anal. Chemie 433.

Klemperer, F. W., siehe van Slyke, D. D.

Knapp, O. E., Moe, H. S., und Bernstein, R. B. Bestimmung der Isomeren in p-Kresolen 115.

Kneip, siehe D'Ans, J.

Knight, H. B., siehe Shreve, O. D.

Knudson, A., und Dresbach, M. Bestimmung der Digitalis-Glucoside 461.

Knudsen, H. W., Juday, C., und Meloche, V. W. Colorimetrische Bestimmung der Kieselsäure 143.

Knuth-Winterfeldt, E. Molybdänbestimmung in Stahl 75.

Kobe, K. A., siehe Troupe, R. A.

Koch, J., und Diemair, W. Gemeinsame Titration von Ascorbinsäure und Eisen(II)-salz mit Dichlorphenolindophenol 401.

Kocsis, E. A., und Horvai, R. Nachweis von Kupfer-Ion mit Tetrabromphenolphthalein 206.

Koditschek, L. K., siehe Stockes, J. L.

Köhler, W., siehe Reumuth, H.

Koelbel, H., siehe Luther, H.

Koenen, K., siehe Mohr, W.

Köszegi, D., und Salgó, É. Bestimmung von Theophyllin und Theobromin 311.

v. Koetsveld, E. E. Bestimmung von Vitamin K_3 287.

Kolpakova, W. W., siehe Ružence-va, A. K.

Kolthoff, I. M., Carr, C. W., und Betty, J. Entfernung des organischen Materials aus Gummimischungen 353.

Konlaish, siehe Rane.

Korach, St., siehe Kahane, E.

Korenmann, I. M. Reaktion auf Nickel 54.

Korkisch, F. E., und Rigele, O. Bestimmung von Blei und Uran in Monaziten 43.

Korkisch, F., siehe Hecht, F.

Kovalenko, P. N., und Lektovskaja, N. A. Bestimmung von Zinn und Antimon nebeneinander 222.

Kraft, L., siehe Criegee, R.

Kramer, W. R., siehe Stenger, V. A.

Kramke, E. H., siehe Hess, W. C.

Krantz, J. C., siehe Bell, F. K.

Kratzl, K. Hydrolyse von Ligninsulfosäure 350.

Kriete, H. A., siehe Silver, S. D.

Krol, B. M., siehe den Herder, P. C.

Krouskop, N. C., siehe Glasgow, A. R. jr.

Krueger, E. O., siehe Washburn, W. H.

Krueger, G. M., siehe Hodson, A. Z.

Kruisheer, C. J. Bestimmung von Glucose 254.

Krumholz, P., siehe Feigl, F.

Kucharský, J., siehe Přibil, R.

Kuck, J. A., siehe Steyermark, Al.

Küssner, W. Bestimmung von Morphin 313.

Küster, F. W., und Thiel, A. Sulfatbestimmung 153.

Kuiken, K. A., und Pearson, P. B. Bestimmung von Threonin 348.

Kul'berg, L. M., und Blokh, G. A. Nachweis von Thiuram 273.

Kulenok, M. I. Ammoniakbestim. mung in Trink- und Abwasser 389-

Kun, E., siehe Flesch, P.
Kuraš, M., und Ružička, E. Nachweis von einwertigem Quecksilber 138.
Kuy-Jones, F. C. Elektrolytische Wismutbestimmung 222.
Kuznecov, V. J. Salzfehler bei pH-Bestimmung 121.
Kwasnik, W., siehe Brauer, G. Handbuch 363.

Lafay, J., siehe Siegel, J.
Laffitte, G., siehe Drevon, B.
Laine, T., siehe Virtanen, A. J.
Lamac-Brunner, G., siehe Hecht, F.
Lambert, P., und Lecomte, J. Infrarot-Analyse von Mineralölen 115.
Lamkin, J. C., siehe Elving, P. J.
Lampe, F., siehe Luther, H.
Lamphere, R. W. Elektrolyse mit kontrolliertem Potential 128.
Lamprecht, P. Bestimmung von Calciumcarbonat in Backpulver 283.
Landerl, H., siehe Nowotny, H.
Lang, R. Elektromerie des Chlorcyans 162. — Siehe auch Brennecke, E.
Langenbeck, W. Bestimmung des Formaldehyds 333.
Lappin, G. R., und Clark, L. C. Bestimmung von Carbonylverbindungen 224.
Larsen, S. Apparat zur Kohlendioxydbestimmung 217.
Lassieur, A. Analyse des silicates 444 [L].
Laszlovszky, J., siehe Schulek, E.
Lauer, F. J. Bestimmung von freien Alkalimetallen in Organosolen 132.
Laux, P. C. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 391.
Laux, P. C., und Nickel, J. B. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 392.
Lawrie, J. H., siehe Bellamy, L. J.
Lebrun, I., Warlet, M., und Schicharevitch, G. Analyse von Chinarinde 316.
Lecomte, J. Analyse von Mineralölen mittels der Infrarot-Spektroskopie 115. — Siehe auch Lambert, P.
Lederer, M., siehe Anderson, J. R. A.
Lee, A. L., siehe Nimer, E. L.
Lees, H. Bestimmung kleinster Mengen von Aziden 434.
Lefèvre, G., siehe Mascré, M.
Legler, L. Bestimmung des Formaldehyds 333.
Lektovskaja, N. A., siehe Kovalenko, P. N.
Lembersky, H. K., siehe Silverman, L.
Lenaers, G. Bestimmung der p-Aminosalicylsäure 301.
Lennard, G. J. Analyse von Schnellarbeitsstählen 75.
Lennerstrand, M., siehe Hähnel, S.
Lepper, W. Stickstoffverluste beim Aufschließen unter Anwendung von „Selenreaktionsgemisch nach F. M. Wieniger 248 [Or].
Letzig, E. Bestimmung der Uronsäuren 58.
Leuchs, H., siehe Fischer, E.
Levy, G. B., und Dergus, D. Analyse von Amithiozon-Präparaten 298.
Levy, M., und Sapir, M. Apparat zur Stickstoffbestimmung 371.
Levy, R. Schnellbestimmung der Halogene 375.
Lewis, siehe Breckenridge.
Lewis, J. B., siehe Maylott, A. O.
Ley, H., und Erler, O. Kupferkomplex mit Pyridin und Salicylsäure 205.
Lieb, H., siehe Schöniger, W.
Lieber, E., siehe Trozzolo, A. M.
Liebhafsky, H. A., siehe Balis, E. W.
Light, A. E. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.
Linch, A. L., siehe Holeton, R. E.
Lindeken, C. L., und Mitarb. Bestimmung von Acetaldehyd in Äthylacetat 437.
v. d. Linden, T. Einwirkung alkoholischer Lauge auf Hexachlorcyclohexan 269.
Lingane, J. J. Potentiostat 128.
Lingane, J. J., und Collat, J. W. Bestimmung von Chrom und Mangan in Stahl 73.
Linstead, R. P., und Thomas, S. L. S. Herstellung von Platinschwarz 311

Lintner, C. J., Schleif, R. H. und Higuchi, T. Bestimmung funktioneller Gruppen mit Lithiumaluminiumhydrid 198.

Lintner, C. J., Swintosky, J. V., Zuck, D., und Higuchi, T. Titration ätherischer Öle mit Lithiumaluminiumhydrid 305.

Lintner, C. J., Zuck, D. W., und Higuchi, T. Titration pharmazeutischer Verbindungen mit Lithiumaluminiumhydrid 305.

de Lippa, M. Chrombestimmung in Roheisen, Gußeisen oder Stahl 70.

Lippold, U. Bestimmung der Kohlenhydrate im Honig 279.

Löhr, K. Bestimmung von Isoleucin 79.

Logan, M. A., siehe Boyd, M. J.

Logun, J. E., siehe Warren, A. T.

Lorenz, A., und Arnold, L. Oxydation von Eisen(II)-salz durch Dichlorphenolindophenol 401.

Lucena-Conde, F., siehe Burriel-Martí, F.

Ludewig, W., siehe Jordis, E.

v. Lupin, O. Maßanalytische Sulfatbestimmung 110.

Luther, H., Koelbel, H., Ruschenburg, E., und Lampe, F. Bestimmung von Gammexan neben den Isomeren 32.

Mack, H., und Finn, E. J. Bestimmung von Colchicin 320.

Mackham, siehe Dobkins.

Macrae, T. F., siehe Gulland, J. M.

Mader, P. P., Hamming, W. J., und Bellin, A. Bestimmung freier Schwefelsäure 381.

Mader, W. J., und Frediani, H. A. Bestimmung der Halogene in pharmazeutischen Präparaten 395.

Madorski, S. L., und Clark, K. G. Bestimmung von Metaphosphat 87.

Majumdar. Kupferbestimmung mit Chinolin-8-carbonsäure 203.

Malaprade, L. Bestimmung der α-Glykole 339.

Malissa, H. Mikromethoden zur Untersuchung von Gemälden 240.

Malm, E., und Vuorelainen, O. Kontinuierliche Sauerstoffbestimmung in der Luft 380.

Malowan, L. S. Gewichtsanalytische Bestimmung von Gold 209. — Reaktion auf Yohimbin 400.

Manchot, W. Primäroxydtheorie 196.

Mangeney, G. Mikrostickstoffbestimmung in organischen Verbindungen 370. — Siehe auch Belcher, R., und Godbert, A. L. Méthodes 366.

Marks, H. C., und Glass, J. R. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 391.

Marsden, A. W. Bestimmung von Calcium und Magnesium 453.

Martin, A. J. P., Gordon, A. H., und Synge, R. L. M. Aminosäuretrennung durch Verteilungschromatographie 335. — Siehe auch Consden, R.

Martin, A. P., Synge, R. L. M., und Bell, F. O. Bestimmung von Threonin und Serin 340, 348.

Martin, E. W., und Harrison, J. W. E. Bestimmung von Cineol 306. — Bestimmung von Metapyrilenhydrochlorid 396.

Martin, J. B., und Doty, D. M. Colorimetrische Phosphorbestimmung 148.

Martin, M. E., Kelly, K. L., und Green, M. W. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.

Maruškin, M. N., und Belen'kaja, A. P. Bestimmung von Isobutylen 388.

Mascré, M., und Génot-Boulanger, Ch. Bestimmung von Morphin in Mohnkapseln 313.

Mascré, M., und Lefèvre, G. Bestimmung von Morphin 314.

Mather, A. N., siehe Baumgarten, W.

Matthews. Überführung von α-Hexachlorcyclohexan in Benzol 32.

Mattner, J., und Mattner, R. Die Bestimmung des Natriumperoxyds und einiger anderer Peroxyverbindungen 1 [Or]. — Siehe auch D'Ans, J.

Mattner, R., siehe Mattner, J.

Mattocks, A. M., u. Voshall, E. C. Untersuchung von Phenobarbital 292.

Maylott, A. O., und Lewis, J. B. Sauerstoffbestimmung in organischen Substanzen 370.

Mazo, A. A. Beschleunigung der Veraschung nach Kjeldahl 371.

Mazza, F. P. Absorptionsspektrum der 2,3-Ölsäure 226.

Medicus, L. Kurze Anleitung zur technisch-chemischen Analyse 444 [L].

Meek, H. V., und Banks, Ch. V. Bestimmung von Beryllium in Aluminium 448.

Meier, D. J., Myers, R. J., und Swift, E. H. Coulometrische Bestimmung von Chromat und Vanadat 38.

Meinke, W. W., siehe Holland, B. R.

Melin, C. G., siehe Thomas, J. W.

Mellon, M. G., siehe Boltz, D. F., sowie Kitson, R. E.

Meloche, V. W., siehe Knudsen, H. W.

Menotti, A. R. Bestimmung von Vitamin K_3 287.

Meyer, C. E., siehe McCoy, R. H.

Meyer, H. J., und Brack, Ch. Bestimmung des gelösten Sauerstoffs in Wasser 390.

Micciolo, Br. R., siehe Cefola, M.

Middeldorf, R. Gehaltsbestimmung von Conteben 298.

Middleton, G., und Stuckey, R. E. Reinheitsbestimmung von Propylenglykol 288.

Miles, F. T., siehe Gerber, A. B.

Miller, S. A., und Pearman, F. H. Äthylenbestimmung in Gasmischungen 388.

Miller, S. A., und Williams, N. E. Bestimmung von Äthylenoxyd 436.

Mills, R. S., siehe Schroeder, W. A.

Milton, R. F. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 392.

Miner, H. S. Thoriumbestimmung in Monazit 147.

Mitchell, H. H., siehe Block, R. J.

Mitchell, J. jr. Mikroskopische Identifizierung organischer Verbindungen 436.

Mitchell, J. jr., Smith, D. M., und Bryant, W. M. D. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.

Mitchell, J. jr., siehe auch Harris, Ch. C.

Mitchell, Th. J. Bestimmung von Wasser in Zuckerlösungen 280.

Mittasch, A. Döbereiner, Goethe und die Katalyse 429 [L].

Moe, H. S., siehe Knapp, O. E.

Möhlau, E. Mikro-Kjeldahlapparatur 371.

Moeller, T., und Brantley, I. C. Photometrische Bestimmung der seltenen Erden 141.

Moeller, Th., und Cohen, A. J. Bestimmung von Gallium und Thallium(III) 139, 140.

Moeller, Th., und Jackson, D. E. Bestimmung der seltenen Erden 142.

Moers, R. Bestimmung von Chinin 317.

Mohr, W., und Koenen, K. Fettbestimmung in Milch usw. 281.

G.-Molnár, L., siehe Schulek, E.

Mondl, G., siehe Ballczo, H.

Mondolfo, L. F. Löslichkeit von Silicium in Aluminium 242.

Money, R. W., und Christian, W. A. Feuchtigkeitsbestimmung in Zucker 280.

Monnier, D., siehe Wenger, P. E.

Moore, L. A., siehe Thomas, J. W.

Moore, W. A. Nachweis des freien Chlors in Wasser 392.

Moran, J. J., siehe Steyermark, Al.

Morgan, G., siehe Davies, G. R.

Morgan, W. T. J., siehe Aminof, D.

Morpeth, J. P. Gehaltsbestimmung von Tomatenpürees und Ketchups 284.

Morrell, W. E. Nachweis von Zink 133.

Morris, M., siehe Gordon, W. B.

Morrison, G. A., siehe Fischer, R. B.

Morrison, G. H., siehe Furman, N. H.

Morton, siehe Pennock.

Moses, G., siehe Haslam, J.

Mosher, E., siehe Gale, R. H.

Mossel, D. A. A., und Wit, S. L. Bestimmung des Wassergehaltes in flüssigen Lebensmitteln 280.

Moubasher, R., siehe El Ridi, M. S.

Moyer, H. V., siehe Caldwell, J. R.

Mühlemann, H., und Bürgin, A. Qualitative Arzneimittelanalyse 454 [L].

Müller, E. Capillarelektrode für potentiometrische Bestimmungen 234.

Müller, J. Bestimmung von Arsen neben Germanium 15.

Müller, J. H., siehe Abrahams, H. J.

Müller, K. R., siehe Splittgerber.

Müller, P. Einwirkung von alkoholischer Lauge auf DDT 269.

Mullins, R., siehe Hahn, R. B.

Munger, J. R., Nippler, R. W., und Ingols, R. S. Sulfatbestimmung in Wasser 392.

Munks, B., Robinson, A., Beach, E. F., und Williams, H. H. Bestimmung von Threonin 348. — Siehe auch Beach, E. F.

Murthy, D. S. N., und Raghava Rao, Bh. S. V. Thoriumtrennung von den Ceriterden 147.

Musfeld, W. Unterscheidung von altem und frischem Insulin 294.

Musser, D. F., siehe Boyle, A. J.

Muthenthaller, H. Bestimmung des Strontium-Ions in Mineralwässern 329, 332.

Myers, R. J., siehe Meier, D. J.

McNabb, W. M., und Skolnik, H. Maßanalytische Bestimmung von Eisen neben Titan 450.

Nazarova, T. I., siehe Syrokomskij, V. S.

Neish, A. C. Thoriumbestimmung 148. — Thoriumtrennung von den Ceriterden 146.

Neuberg, C., siehe Simon, E.

Neuberger, A., siehe Elliott, D. F.

Neumann, H. Bestimmung der Mutterkornalkaloide 399.

Neuwald, F. Bestimmung von Digitoxin 460.

Newton, E. B. Harnsäurereagens 458.

Nicholas, E. J. Potentiometrische Bestimmung von Sulfanilamid 296.

Nicholson, F., siehe Bost, R. W.

Nickel, J. B., siehe Laux, P. C.

Nicolet, B. H., und Shinn, L. A. Bestimmung von Threonin und Serin 339, 340, 348.

Nicolet, B. H., Shinn, L. A., und Saidel, L. J. Bestimmung von Serin 348.

Nicolet, B. H., siehe auch Shinn, L. A.

Nield, Russell und Zimmerli. Bestimmung von Vitamin D 443.

Niemann, C., siehe Bennett, E. L.

v. Nieuwenburg, C. J., und Hegge, L. A. Absorption von Kohlendioxyd 217.

Nigaud, L. Bestimmung von Antimon in Bronze 63.

Nimer, E. L., Hamm, R. E., und Lee, A. L. Amperometrische Titration von Zink und Indium 134.

Nippler, R. W., siehe Munger, J. R.

Njegovan, V. N. Abscheidung von analysenreinen Niederschlägen 120. — Nachweis von Antimon neben Zinn 221.

Noll, C. A., siehe Betz, J. D.

Norman, J. H., siehe Dobbins, J. T.

Nortz, M., siehe Amiel, J.

Norwitz, G., Bestimmung von Eisen in Aluminiumlegierungen 450.

Norwitz, G., Bestimmung von Wismut, Blei und Kupfer in Aluminiumlegierungen 450. — Elektrolytische Bestimmung von Blei 145. — Elektrolytische Bestimmung von Selen und Tellur 150. — Elektrolytische Kupferbestimmung 202. — Elektrolytische Silberbestimmung 206. — Elektrolytische Wismutbestimmung 222. — Kupferbestimmung in zinnhaltigen Legierungen 202. — Trennungsverfahren von Kupfer und Antimon von Zinn 202.

Norwitz, G., Greenberg, S., und Bachtiger, F. Bestimmung von Wismut, Blei und Kupfer in Aluminiumlegierungen 450.

Norwitz, G., und Norwitz, I. Bestimmung von Phosphor in Phosphorkupfer 62. — Bestimmung von Silicium, Kupfer und Eisen in Siliciumbronzehärtnern 448.

Norwitz, I., siehe Norwitz, G.

Nowotny, H., Thury, W., und Landerl, H. Die Bestimmung von Silicium in Reinaluminium mittels elektrischer Leitfähigkeitsmessung 241 [Or].

Nümann, W. Bestimmung von Kieselsäure, Phosphor und Stickstoff im Meerwasser 62.

Obrist, siehe Treadwell.

Ockerman, L. T., siehe Schreyer, J. M.

Ogg, C. L., Willits, C. O., und Ricciuti, C. Bestimmung von Nicotin 309.

Ogilvie, G. H., siehe Hazel, W. M.

Olson, B. H., und Johnson, M. J. Wuchswirkung von Serin und Threonin 338.

Orchin, M., und Wender, I. Bestimmung des aktiven Wasserstoffs 130.

Orchin, M., Wender, I., und Friedel, R. A. Bestimmung von Deuterium in Wasser 131.

Orlowa, L. M. Bestimmung der freien Säure in Salzlösung 123.

Ortis, Th., siehe Huré, J.

Osborn, G. H., siehe Jewsbury, A.

Osteux, R., siehe Boulanger, P.

Osuch, G. E., siehe Corwin, J. F.

Ott, M. Titration von Ascorbinsäure mit Dichlorphenolindophenol 401.

Ovenston, T. C. J., und Parker, C. A. Bestimmung von Kobalt und Nickel in Berylliumverbindungen 52. — Bestimmung des Kupfers in Berylliumverbindungen 204. — Siehe auch Kenyon, C.

Overholser, L. G., siehe Salsbury, J. M.

Owens, H. S., siehe Pippen, E. L.

Palin, A. T. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 392.

Panos, J. J., siehe Blaedel, W. J.

Parker, C. A., siehe Kenyon, C., sowie Ovenston, T. C. J.

Parkes, E. B. Nachweis von Barbituraten 291.

Parks, Th. D., und Agazzi, E. J. Amperometrische Bestimmung von Chrom und Vanadium 72.

Parsons, D. B., siehe Fischer, R. B.

Partridge, S. M. Trennung der Zuckerarten durch Verteilungschromatographie 335.

Pascal, P. Bestimmung der Viscosität 87.

Pawlek, F., und Jahn, H. Einfluß von Verunreinigungen auf die elektrische Leitfähigkeit der Metalle 241.

Pearman, F. H., siehe Miller, S. A.

Pearson, P. B., siehe Kuiken, K. A.

Pedley, E. Bestimmungen von Barbitursäure-Derivaten 291.

Peltier, S., Duval, Th., und Duval, Cl. Tüpfelreaktionen auf Nickel 54.

Pendl, J., siehe Felix, K.

Pennock und Morton. Schwefelbestimmung in Kohle 96.

Pentz, E. I., und McArthur, E. M. Cholesterinbestimmung 304.

Pepkowitz, L. P., und Proud, E. R. Bestimmung von Wasserstoff 130.

Pereira, R. S. Photometrische Bestimmung von Oxalsäure 229.

Perkow, W. Zur Bestimmung von Dichlordiphenyltrichloräthan und Hexachlorcyclohexan in Gemischen beider Stoffe 267 [Or].

Péron, M., siehe Fabre, R.

Péronnet, M. Halbmikrobestimmung von Theophyllin neben Theobromin und Coffein 312. — Siehe auch Griffon, H.

Perriot, G., siehe Brissand, L.

Perrone, J. C., siehe Rosenberg, S.

Pesez, M. Nachweis von Antipyrin 454. — Bestimmung von Gitoxin 462.

Peters, L., siehe Higashi, A.

Petit, L. Bestimmung von Aneurin 286.

Petzold, W. Bildung von H_2SeCl_6 105.

Pfeil, E., und Schroth, G. Mercurimetrische Formaldehydbestimmung 333 [Or].

Pieters, H. A. J. Zersetzungsgefäß für Carbonat 217.

Pieters, H. A. J., und Hanssen, W. J. Bestimmung von Sauerstoff in Wasser 151.

Piha, P., siehe Kirjakka, P.

Pimenova, Z. M. Bestimmung von Diazoaminbenzol in der Luft 385.

Pippen, E. L., McCready, R. M., und Owens, H. S. Acetylbestimmung in Pektin 443.

Pircio, A., siehe Soodak, M.

Plimmer, R. H. A. Hydrolyse von Serin 338.

Podojnikova, K. V., siehe Černyi, A. T.

Poethke, W., und Arnold, E. Bestimmung von Morphin 313.

Pohl, H. Die photometrische Bestimmung geringer Arsengehalte von Blei und seinen Legierungen 177 [Or].

Pohorsky, J., siehe Jindra, A.

Poluektov, N. S. Nachweis von Rhenium 47.

Pons, W. A., und Guthrie, J. D. Colorimetrische Phosphorbestimmung 149.

Pope, C. G., und Stevens, M. F. Kupferphosphatreagens zur Bestimmung der Aminosäuren 230.

Porter, Brice und Mitarb. Bestimmung von Rutin 457.

Potter, G. V. Siliciumbestimmung in Elektrolyt-Nickel 65.

Press, E. W. S., siehe Bellamy, L. J.

Přibil, R., und Kucharský, J. Trennung des Berylliums von anderen Elementen 211.

Price, J. W. Zinkbestimmung in Legierungen 152.

Proud, E. R., siehe Pepkowitz, L. P.

Pungor, E., siehe Schulek, E.

Purr, A. Bestimmung des Säuregrades in Mehlen 282.

Purser, B. J. Bestimmung von Acetylen in Luft 383.

Purushottam, A., und Raghava Rao, Bh. S. V. Zirkonium-Thorium-Trennung mit Tannin 220.

Purvis, E. R., siehe Evans, H. J.

Quazilbash, N. A. Nachweis und Bestimmung von Santonin 456.

Quick, siehe Breckenridge.

Quiggle, D., siehe Fenske, M. R.

Rademaker, S. C., siehe Karsten, P.

Ramanjaneyulu, J. V. S., siehe Rao, G. G.

Ramsey, W. J., Farrington, P. S., und Swift, E. H. Coulometrische Bestimmung von Arsen 38.

Rane und Konlaish, Qualitativer Analysengang 116.

Rank, B., siehe Criegee, R.

Rank, D. H., siehe Fenske, M. R.

Ransford, J. E., siehe Hynes, W. A.

Rao, G. G., und Ramanjaneyulu, J. V. S. Titration alkoholhaltiger Eisensalzlösungen 48.

Rao, Lakshmana, B. R., und Raghava Rao, Bh. S. V. Thoriumtrennung von den Ceriterden 146.

Rao, Raghava, Bh. S. V., siehe Rao, Lakshmana, B. R., sowie Murthy, D. S. N., Purushottam, A., Venkataramaniah, M.

Rasin-Streden, R. Photometrische Bestimmung von Uran 41.

Rathenasinkam, A. Nachweis von Cocain 398. — Nachweis von Phenylbarbitursäureverbindungen 292.

Rynasiewicz, J., Guenther, R., Sleeper, M. E., und Gale, R. H. Bestimmung von Calcium und Magnesium in Vanadiummetall 453.

Reclaire, A., und Frank, R. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.

Reed, Banks und Diehl. Darstellung von α-Furildioxim 56.

Reed, A. C., siehe Runnels, R. T.

Reed, S. A., siehe Funston, E. S.

Rees, W. M. Bestimmung von Threonin und Serin 339, 348.

Reese, H. D., siehe Williams, M. B.

Regener, V. H. Bestimmung des Oxydationswertes der Luft 108.

Rehberg, P. B. Bürette 218.

Rehner, J. jr., und Holowchak, J. Entfernung des organischen Materials aus Gummimischungen 353.

Reiss, R., siehe Täufel, K.

Reling, E., siehe Splittgerber, A.

Renner, H., siehe Brauer, G.

Reumuth, H., und Köhler, W. Diazotierte Sulfanilsäure als Reagens 184.

Rheinlander, A. H. Nachweis und Bestimmung reduzierender Zucker 278.

Ricciuti, C., siehe Ogg, C. L.

Richtzenheim, H. Oxydation von Vanillin mit Wasserstoffperoxyd 299.

Rickes, E. L., siehe Stokes, J. L.

El Ridi, M. S., Moubasher, R., und Hassan, Z. Bestimmung von Ascorbinsäure 287.

Riedel-de Haën, A.-G., und Ehrhorn, H. J. Sicheres Bauen durch einfache chemische Baustoffprüfung 447 [L].

Riemschneider, R. Bestimmung von DDT 267.

Rigele, O., siehe Korkisch, F. E.

Ríus, A., und Royo, I. Apparat zur potentiometrischen Titration 145.

Ríus-Miró, A., und Díaz-Flores, C. A. Potentiometrische Bestimmung von Titan, Molybdän und Vanadin 145.

Roberts, R. M., siehe Eggertsen, F. T.

Robinson, A., siehe Beach, E. F., sowie Munks, B.

Robinson, W., und Stotz, E. Titration von Ascorbinsäure neben Eisen(II)-salz 401.

La Rocca, J. P., und Waters, K. L. Gehaltsbestimmung der Sulfonamide 296.

Rodden, C. J. Bestimmung der seltenen Erden 141. — Arsenbestimmung in Blei 177.

Roe, E. T., und Swern, D. Bestimmung langkettiger Hydroxamsäuren 227.

Rohrlich, M., und Essner, W. Bestimmung von Milchsäure und Essigsäure 281.

Roland, P., siehe Thomas, G.

Rose, W. C. Identifizierung des Threonins 337.

Rose, W. C., Haines, W. J., Warner, D. T., und Johnson, J. E. Threonin 337.

Rose, W. C., siehe McCoy, R. H.

Rosenberg, S., Perrone, J. C., und Kirk, P. L. Mikrobestimmung von Sulfhydrylgruppen 464.

Rosenthaler, L., und Capuano, L. Mohlersche Reaktion 231.

Rossini, F. D., siehe Glasgow, A. R. jr.

Royer, G. L., siehe Sundberg, O. E.

Royo, I., siehe Ríus, A.

Rózsa, P., siehe Schulek, E.

Rubinowitsch, B. I., siehe Čulanovskij, W. M.

Rüdorff, W., siehe Hofmann, U.

Rüggeberg, H. Analyse von Zuckergemischen 278. — Papierchromatographie 335.

Runnels, R. T., Utter, M. G., und Reed, A. C. Bestimmung von Eisen und Titan in keramischen Materialien 157.

Ruschenburg, E., siehe Luther, H.

Russell, siehe Nield.

Ruthardt, K., siehe Fresenius-Jander. Handbuch der analytischen Chemie 432.

Ruženceva, A. K., und Kolpakova, W. W. Bestimmung der Halogene in organischen Verbindungen 376.

Ružička, E., siehe Kuraš, M.

Sabalitschka, Th. Verhalten von Dehydroascorbinsäure gegenüber Eisen(III)-salz 287.

Sabetay, S. Bestimmung der Carbonylgruppe 188.

Safford, H. W., und Stragand, G. L. Mikrohalogenbestimmung in organischen Verbindungen 377.

Saidel, L. J., siehe Nicolet, B. H.

Saifer, A., und Clark, F. D. Calciumbestimmung 358.

Salgó, É., siehe Köszegi, D.

Salsbury, J. M., Cole, J. W., Overholser, L. G., Armstrong, A. R., und Yoe, J. H. Bestimmung organisch gebundenen Fluors in der Luft und im Wasser 386.

Sampietro, C., und Invernizzi, I. Bestimmung von Calcium und Strontium nebeneinander 215.

Sample, M. B., siehe Holland, B. R.

Sandell, E. B., und Cummings, Ph. F. Verteilung von Eisen(III)-cupferrat zwischen Chloroform und wäßriger Phase 50.

Sandri, G. Bestimmung von Conteben 297.

Sanchez, J. A. Nachweis von Nicotin 311.

Sapir, M., siehe Levy, M.

Sarudi, I. Milchzuckerbestimmung in Milch 281.

Sass, O. E., und Bertram, F. Chlorbestimmung mit Silbernitrat 122.

Saunders, L., und Srivastava, R. S. Titration von Alkaloidsalzen 308.

Savary, P. Bestimmung der α,β-ungesättigten Fettsäuren 225. — Bestimmung der Zimtsäure 225.

Sawyer, Cl. N., siehe Greenberg, A. E.

Ščerbov, D. P. Photocolorimetrische Kobaltbestimmung 157.

Schaad, E., siehe Urech, P.

Schäfer, K. Physikalische Chemie 365 [L].

Schäfer, W. Nachweis von Thiuram 273.

Schaeffer, A., siehe Feigl, F.

Scharrer, K., und Fast, H. Zur Methodik der Untersuchung von Pflanzennährstoffen in Niederschlagswässern 109 [Or].

Schechter, M. S., und Haller, H. L. Colorimetrische Bestimmung von DDT 269.

Schechter, M. S., Soloway, S. B., Hayes, R. A., und Haller, H. L. Colorimetrische Bestimmung von DDT 269.

Scheibl, F., siehe Stöhr, R.

Schenk, P. W., siehe Brauer, G. Handbuch 363.

Schicharevitch, G., siehe Lebrun, I.

Schiff, H. Darstellung des Amidoxims der Isobuttersäure 138.

Schlechter, M. S., und Haller, H. L. Nachweis von DDT neben Gammexan 34.

Schlechter, W. H., siehe Stephanou, S. E.

Schleicher, A. Katalyse und Induktion bei Redox-Titrationen 419 [Or]. — Verfahrenswerte analytischer Methoden 192 [Or].

Schleif, R. H., siehe Lintner, C. J.

Schmeisser, M., siehe Brauer, G. Handbuch 363.

Schmidt, H., siehe Dewald, W.

Schmidt, J. Das Kohlenoxyd 447 [L].

Schoenheimer, R., und Sperry, W. M. Cholesterinbestimmung 304.

Schöniger, W., und Lieb, H. Bestimmung der Carbonylgruppe 189.

Schöniger, W., Lieb, H., und Gassner, K. Die mikroanalytische Bestimmung der Carbonylgruppe 188 [Or].

Schormüller, J., und Ballschmieter, H. Volleiproteine 349.

Schormüller, J., und Walter, J. Untersuchungen zur chemischen Bestimmung von Threonin und Serin 337 [Or].

Schouten, A., siehe Deinum, H. W.

Schreyer, J. M., Thompson, G. W., und Ockerman, L. T. Bestimmung von Kaliumferrat 435.

Schroeder, W. A., Kay, L. M., und Mills, R. S. Bestimmung der Aminosäuren 229.

Schroth, G., siehe Pfeil, E.

Schtschigol, M. B. Potentiometrische Bestimmung von Silber 207.

Schuhknecht, W., siehe Wurzschmitt, B.

Schuldiner, J. A. Farbreaktionen des Copalquin-Rindenextraktes 455.

Schulek, E., und Endröi, P. Chloritbestimmung neben Hypochlorit 161.

Schulek, E., und Fóti, Gy. Destillationsapparat zur Brombestimmung 171.

Schulek, E., Laszlovszky, J., G.-Molnár, L., und Zapp, E. Neue Verfahren zur jodometrischen Bromidbestimmung über Bromcyan 161 [Or].

Schulek, E., und Pungor, E. Elektromerie des Chlorcyans 162. — Wirkungsweise von Adsorptionsindicatoren 123.

Schulek, E., und Rózsa, P. Bestimmung von Jod 172.

Schwab, R., siehe Gleu, K.

Schwarzenbach, G., und Ackermann, H. Härtebestimmung in Wasser 392. — Siehe auch Biedermann, W.

Schweigert, B. S., siehe Greenhut, J. T.

Scott, J. R. Glühverlust von Gummimischungen 353.

Scott, T. E. L., siehe McCamley, W.

Secor, G. E., siehe White, L. M.

Šedivec, V., und Vašák, V. Colorimetrische Kupferbestimmung 205.

Seeler, Th., und Dietrich, R. Fettbestimmung in Lebensmitteln und Futtermitteln 276.

Semmett, W. F., siehe Gordon, W. B.

Severin, J. S., siehe Botvinnik, M. M.

Seyb, E. jr., und Kleinberg, J. Bestimmung von Natriumsuperoxyd 1.

Shankman, N. S., siehe Dunn, M. S.

Sharp, L. K. Gehaltsbestimmung von Vanillin 299.

Shaw, W. B. Bestimmung des Vanadins im Stahl 69.

Shaw, W. H. C. Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan in pharmazeutischen Präparaten 303.

Sheldon, J. L., siehe Willard, H. H.

Shell, H. R. Eisenbestimmung in Silicaten 156.

Shinn, L. A., und Nicolet, B. H. Bestimmung von Threonin 339, 348. — Siehe auch Nicolet, B. H.

Short, H. G. Aluminiumbestimmung in Eisen 66. — Bestimmung von Sauerstoff in Chrommetall 65.

Shreve, O. D., Heether, M. R., Knight, H. B., und Swern, D. Bestimmung der Oktadecensäuren 115.

Šichvarger, F. D. Bestimmung von Mikromengen an Blei, Kupfer und Zinn im Staub und in der Luft 382.

Siegel, J., und Lafay, J. Serin im Organismus 338.

Siggia, S., Hanna, J. G., und Kervenski, I. R. Bestimmung aromatischer Amine 233.

Siler, V. E., siehe Weiss, H. V.

Silver, S. D., Kethely, T. W., und Kriete, H. A. Elektrometrische Titration von Cadmium 136.

Silverman, L., und Lembersky, H. K. Schnelle Bestimmung von Nickel in Kobaltlegierungen 55.

Silverthorn, R. W., und Curtis, J. A. Bestimmung von Chrom und Mangan in Stahl 73.

Simmons, G. A. jr., siehe Caley, E. R.

Simmons, M., siehe Johnson, W.

Simon, E., und Neuberg, C. Bestimmung von Methylglyoxal 228.

Simons, J. H. Fluorine Chemistry 433 [L].

Sisterman, K. A., und Jakovleva, O. A. Analyse nichtrostender Stähle 76.

Sivadjian, J. Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff in der Luft 385.

Skaupy, F. Reduktionsgrad von Metall- und Halbleiterpulvern 158.

Skolnik, H., siehe McNabb, W. M.

Skrabal, A. Kinetik der Permanganat-Oxalsäure-Reaktion 195. — Mechanismus der Permanganatreduktion 424.

Sleeper, M. E., siehe Rynasiewicz, J.

van Slyke, D. D. Absättigung von Säure bzw. Base 193.

van Slyke, D. D., Hiller, A., McFadyen, D. A., Hastings, A. B., und Klemperer, F. W. Bestimmung von Threonin 340.

Smales, A. A. Aluminium, Bestimmung als Benzoat 356.

Smart, R., siehe McCamley, W.

Smith, siehe West.

Smith, D. M., siehe Harris, Ch. C., sowie Mitchell, J. jr.

Smith, G. M., siehe Willard, H. A.

Smith, H. R., siehe Bigelow, W. D.

Smith, M. H. J. Bestimmung von Natriumgentisat 302.

Smith, W. H., siehe Walton, W. W.

Snell, E. E., siehe Henderson, L. M.

Socias, L., siehe Fernandez, O.

Soloveva, E. S. Bestimmung von Vitamin B_1 in Milch 287.

Soloway, S. B., siehe Schechter, M. S.

Soodak, M., Pircio, A., und Cerecedo, L. R. Bestimmung von Uracil und Cytosin 458.

Speck, J. C. Reaktion von Formaldehyd und Diacetyl mit Chromotropsäure 228.

Speck, J. C. jr., siehe Forist, A. A., sowie Thornton, B. J.

Sperry, W. M., siehe Schoenheimer, R.

Splittgerber, A., Müller, K. R., Ulrich, E., und Reling, E. Bestimmung des Sauerstoffs in Wasser 390.

Spooner. Sauerstoffbestimmung in organischen Substanzen 369.

Spooner, C. E., siehe Belcher, R.

Spooner, D. F., siehe Braun, W. G.

Sprague, R. S., siehe Fischer, R. B.

Sprinson, D. B., siehe Weißbach, A.

Srinivasan, K. R. Potentiometrische Titration der Sulfonamide 296.

Srivastava, R. S., siehe Saunders, L.

Stafeeva, N. M., siehe Esafov, V. S.

Stagg, H. E. Bestimmung von Prognanil (Paludrin) 294.

Stainier, C. Analyse von Barbituraten 293.

Stamm, H., siehe Brennecke, E.

Stanley, J. K., Hoene, J., und Wiener, G. Sauerstoffbestimmung in Zirkoniummetall 452.

Staub, M., und Widmer, R. Bestimmung von Sorbit in Wein 284.

Steigmann, A. Nachweis von schwefliger Säure und Thiolen in Nahrungsmitteln, Geweben usw. 276.

Steinhauser, K. Bestimmung von Aluminiumoxyd in Aluminium 451.

Stenger, V. A., Kramer, W. R., und Beshgetoor, A. W. Bestimmung von Aluminium als Benzoat 356.

Stephanou, S. E., Schlechter, W. H., Argersinger, W. jr., und Kleinberg, J. Bestimmung der höheren Oxyde des Natriums 1.

Stephens, J., siehe Huelin, E.

Stetter, H. Enzymatische Analyse 439 [L].

Stevens, M. F., siehe Pope, C. G.

Stewart, C. P., siehe Stolman, A.

Steyermark, Al, Alber, H. K., Aluise, V. A., Huffman, E. W. D., Kuck, J. A., Moran, J. J., und Willits, C. O. Geräte für die Mikroelementanalyse 367.

Stock, D. J., und Davies, C. W. Messung der Wasserstoffionen-Konzentration 120.

Stock, J. T. Amperometrische Titration von Kupfer 203.

Stöhr, R., und Scheibl, F. Bestimmung der Pikrinsäure 438.

Stockes, J. L., Gunness, M., Dwyer, J. M., und Caswell, M. C. Bestimmung von Threonin und Serin 348.

Stokes, J. L., Koditschek, L. K., Rickes, E. L., und Wood, Th. R. Wuchswirkung von Serin und Threonin 338.

Stoldt, W. Fettbestimmung in Milch, Butter, Käse und Speiseeis 281.

Stolman, A., und Stewart, C. P. Bestimmung von Morphin, Codein und Heroin 466. — Trennung von Morphin, Heroin, Codein und Barbituraten 467.

Stone, L., siehe Baumgarten, W.

Storr, H., siehe Harrison, T. S.

Stotz, E., siehe Robinson, W.

Stragand, G. L., siehe Safford, H.W.

Streight, H. R. L., siehe Clark, R. H.

Stroud, E. G., siehe Vernon, W. H.

Stroupe, J. D. Infrarotanalyse von natürlichem oder gereinigtem Methan 114.

Stuckey, R. E., siehe Middleton, G.

Sudo, T., und Hayase, K. Bestimmung von Antimon und Wismut 222.

Süpfle, K., und Werner, R. Mikrobestimmung sehr kleiner Silbermengen 206.

Sulzberger, R., siehe Urech, P.

Sundberg, O. E., und Royer, G. L. Mikroschwefelbestimmung 373.

Swain, M. L., Eisner, A., Woodward, C. F., und Brice, B. A. UV-Absorption von Nicotin 310. — Siehe auch Willits, C. O.

Swann, R. V. Bestimmung von Rutin und Quercetin in Mischungen 456.

Swern, D., siehe Roe, E. T., sowie Shreve, O. D.

Swift, E. H., siehe Bennett, E. L., sowie Brown, R. A.; Farrington, P. S.; Meier, D. J.; Ramsey, W. J.

Swintosky, J. V., siehe Lintner, C. J.

Synge, R. L. M., siehe Martin, A. P. (Martin, A. J. P.).

Syrokomskij, V. S., und Nazarova, T. I. Titrationscoulometer 125.

Szabó, Z. G., und Bartha, L. Titrimetrische Bestimmung von Nitrat 434.

Täufel, K., Iwainsky, H., und Reiss, R. Bemerkung zur quantitativen Bestimmung von Sacchariden nach ihrer papierchromatographischen Trennung 335 [Or].

Täufel, K., und Reiss, R. Analytische und chromatographische Studien an Mono- und Oligosacchariden 252 [Or].

Tamm, H. Aluminiumbestimmung in Quarzit 155.

Taras, M. Bestimmung des freien Chlors in Wasser 392. — Bestimmung von Nitrat in natürlichen Wässern 59.

Terrier, J. Gefahr der Verwendung von peroxydhaltigem Äther 441.

Terrier, J., und Deshusses, J. Nachweis von Antioxydantien in Fetten 277.

Thaler, H. Nachweis der künstlichen Färbung von Fetten 277.

Thatcher, R. L., siehe Warren, A. T.

Thelen, Ch. J., siehe Buckles, R. E.

Thiel, A., siehe Küster, F. W.

Thilo, E. Konstitution von Kurrolschem und Grahamschem Salz 86. 245.

Thomas, G., van den Bulcke, A., und Roland, P. Bestimmung der p-Aminosalicylsäure 301.

Thomas, J. W., Melin, C. G., und Moore, L. A. Zuckerbestimmung in Futterpflanzen 59.

Thomas, M. D., Ivie, J. O., und Fitt, T. C. Konduktometrische Sulfatbestimmung 381.

Thomas, S. L. S., siehe Linstead, R. P.

Thompson, C. R., und Bickoff, E. M. Bestimmung von Carotin in Alfalfa 239.

Thompson, F. W. Probierwaage 129.

Thompson, G. W., siehe Schreyer, J. M.

Thornton, B. J., und Speck, J. C. jr. Bestimmung von Methylglyoxal 227.

Thornton, C. D. W., siehe Ballard, A.

Thornton, W. M. jr. Probierwaage 129.

Thury, W., siehe Nowotny, H.

Thymian, E., siehe Vollhase, E.

Tichonowa, V. I. Bestimmung von Acetophenon 231.

Timmermans, J. Physico-chemical Contants of pure Organic Compounds 366 [L].

Tödt, F. Betriebskontrolle und Meßwesen in der Rübenzuckerindustrie 445 [L].

Toivonen, T., siehe Virtanen, A. J.

Torres, C., siehe Fernandez, O.

Tracey, M. V. Bestimmung von Pentosen 466.

Traldi, E., siehe Gaviolo, G.

Trauth, F. Nachweis von Hefepreßwein und Hefewein 285.

Travers, A. Manganbestimmung nach Procter-Smith 45.

Treadwell und Obrist. Bestimmung von Aluminiumoxyd in Aluminium 451.

Tribalat, S. Nachweis von Rhenium 47.

Triché, H. Nachweis von Calcium 213.

Troupe, R. A., und Kobe, K. A. Analyse der Systeme Milchsäure-Methyllactat 438.

Trozzolo, A. M., und Lieber, E. Kennzeichnung von Ketonen durch die Hydroxylaminzahl 225.

Trtílek, J. Bestimmung des Formaldehyds 333.

Truhaut, R., siehe Fabre, R.

Tschirch, E. Acetylnachweis in Albucid 297.

Tuddenham, W. M., und Anderson, D. H. Messung hoher p_H-Werte 121.

Tulus, R. Bromid-Bromat-Methode zur Bestimmung der ungesättigten Fettsäuren 225.

Turfitt, G. E. Nachweis von Barbituraten 291. — Siehe auch Hucknall, E.

Tyler, W. P. Volumetrische Zinkbestimmung 356.

Tyler, W. P., und Higuchi, T. Entfernung des organischen Materials aus Gummimischungen 353.

Ulrich, E., siehe Splittgerber, A.

Umhoefer, R. R. Chlorbestimmung in organischen Substanzen 271.

Urech, P., Sulzberger, R., und Schaad, E. Bestimmung von Aluminiumoxyd in Aluminium 451.

Usatenko, Ju. I., und Dacenko, O. V. Phosphorbestimmung in Phosphorkupfer 62.

Utermark, W. Schmelzpunkt-Tabellen organischer Verbindungen 366 [L].
Utter, M. G., siehe Runnels, R. T.

Vail, W. A., siehe Bricker, C. E.
Valov, P. Arzneimittel-Analyse 295.
Vanderzee, C. E., und Edgell, W. F. Bestimmung aromatischer Nitrogruppen 232.
Vašák, V., siehe Šedivec, V.
Vaskevic, D. N. Bestimmung komplexer Phthalsäureester 231.
Vasserberg, V. É. Bestimmung von Kohlenwasserstoffen und Dämpfen organischer Lösungsmittel in der Luft 383.
Venkataramaniah, M., und Raghava Rao, Bh. S. V. Thoriumtrennung von den Ceriterden 147. — Trennung des Zirkoniums von anderen Elementen mit Fumarsäure 219.
Vernon, W. H., Akeroyd, E. J., und Stroud, E. G. Bestimmung von Oxydschichten auf Zinkfolien 152.
Virtanen, A. J., Laine, T., und Toivonen, T. Destillationsverfahren 79.
Vogt, H. Bestimmung des Alkaloidgehaltes von Belladonnablättern 398.
Vollhase, E., und Thymian, E. Ausgewählte Verfahren zur Untersuchung von Lebensmitteln und Bedarfsgegenständen 440 [L].
Voshall, E. C., siehe Mattocks, A. M.
Vosskühler, H. Untersuchung von Legierungen durch Messung der elektrischen Leitfähigkeit 241.
Voter, R. C., und Banks, Ch. V. Bestimmung von Nickel und Palladium 56.
Voter, R. C., Banks, C. V., und Diehl H. Mikrobestimmung von Nickel mit Nioxim 54.
Voter, R. C. Siehe auch van der Haar, R. W.
de Vries, G., siehe van Dalen, E.
Vuorelainen, O., siehe Malm, E.

Wadsworth, R. V. Theobrominbestimmung in Kakao 443.
Wagner, A. F., siehe Furman, N. H.
Waldschmidt-Leitz, E., Chemie der Eiweißkörper 436 [L].
Wallin, G. R. Bestimmung Natriumpentachlorophenolat 239.
Walraven, J. J., siehe Karsten, P.
Walter, J., siehe Schormüller, J.
Walter, R. N. Mikroschwefelbestimmung 373.
Walton, W. W., McCulloch, F. W., und Smith, W. H. Sauerstoffbestimmung in organischen Substanzen 369.
Wankmüller, A. Bestimmung von Novocain 303. — Bestimmung pharmazeutischer Polyäthylenoxyde 400.
Warburg, O. Induzierende Wirkung des Systems Fe^{II} + Wasserstoffperoxyd 410.
Ware, P. A., und Cronheim, G. Bestimmung der Folsäure 308.
Warlet, M., siehe Lebrun, I.
Warner, D. T., siehe Rose, W. C.
Warren, A. T., Logun, J. E., und Thatcher, R. L. Bestimmung von Phenolphthalein in Mineralölemulsionen 307.
v. Wartenberg, H. Sauerstoffbestimmung in Zinkoxyd 159. — Siehe auch Brauer, G., Handbuch 363.
Washbrook, C. C. Bestimmung von Calcium 214.
Washburn, W. H., und Krueger, E. O. Bestimmung von Aspirin, Phenacetin, Coffein und Thenylenhydrochlorid 395.
Waters, K. L., siehe La Rocca, J. P.
Watson, P. D. Lactylmilchsäure und Ester in der Milchsäure 226.
Weber, E. Beitrag zum Nachweis von Gammexan neben DDT in Schädlingsbekämpfungsmitteln 32 [Or].
Wegner, E. Bestimmung der Digitalis-Glucoside 461. — Bestimmung der Mohnalkaloide 314. — Bestimmung des Papaverins 315.
Weinberger, L. W., siehe Greenberg, A. E.
Weingaertner, E., siehe Winnacker, K.
Weiß, H. V., Siler, V. E., und Buechler, P. R. Herstellung von Diphenylcarbazidlösung 428.
Weißbach, A., Elwyn, D., und Sprinson, D. B. Serin bei der Synthese von Cholin und Thymin 338.

Wells, E. H. Bromometrische Bestimmung der Sulfonamide 296.

Wender, J. (I), siehe Orchin, M.

Wenger, Duckert und Ankadji. Qualitativer Analysengang 116.

Wenger, P. E., Monnier, D., und Jaccard, F. Potentiometrische Silberbestimmung mit α-Nitroso-β-naphthol 208.

Werner, R., siehe Süpfle, K.

Wesp, E. F., und Brode, W. R. Nachweis von Carbonsäureestern 226.

West und Smith. Qualitativer Analysengang 117.

West, H. D., und Carter, H. E. Threonin, Beziehung zur Hefegärung 338.

West, Ph. W., und Carlton, J. K. Nachweis von Gold 209.

West, Ph. W., und Conrad, L. J. Nachweis von Vanadin 39. — Tüpfelreaktion auf Antimon 221.

Weston, R. E., siehe Fraser, J. R.

Wheeler, H. L., und Johnson, T. B. Bestimmung von Uracil und Cytosin 458.

White, F. D., und Green, A. C. Nachweis von Pentosen 466.

White, L. M., und Kilpatrick, M. D. Mikrobestimmung von Jod und Brom in organischen Verbindungen 377.

White, L. M., und Secor, G. E. Mikrobestimmung von Jod und Brom in organischen Verbindungen 377.

Wiberg, E. Die chemische Affinität 364 [L].

Wiberley, St. E., und Bassett, L. G. Aluminiumbestimmung in Eisen 66. — Siehe auch Dunleavy, R. A.

Wickert, K. Sauerstoffbestimmung in Wasser 389.

Widmer, R., siehe Staub, M.

Wiegand, R. V., siehe Fenske, M. R.

Wieland, H., und Franke, W. Induzierende Wirkung des Systems Fe^{II} + Wasserstoffperoxyd 410.

Wieland, Th., und Fischer, E. Retentionsanalyse 335.

Wiener, G., siehe Stanley, J. K.

Wieninger, F. M. Selenreaktionsgemisch 249.

Wilcox, L. V., siehe Hatcher, J. T.

Wilharm, G., und Holz, G. Bestimmung von Acrolein 285.

Willard, H. A., und Smith, G. M. Metallkomplexe mit Tetraphenylarsonium-Ion 100.

Willard, H. H., und Sheldon, J. L. Trennung des Eisens als basisches Formiat 49.

Willard, H. H., und Wooten, A. L. Bestimmung von Dioxybenzolen 230.

Williams, A. F., siehe Kaufman, M.

Williams, H. H., siehe Munks, B.

Williams, M. B., und Reese, H. D. Colorimetrische Bestimmung von Äthylalkohol 223.

Williams, N. E., siehe Miller, S. A.

Williamson, A. T., siehe Haslam, J.

Williamson, M. B. Bestimmung von Threonin und Serin 348.

Willits, C. O., Swain, M. L., Connelly, J. A., und Brice, B. A. Bestimmung von Nicotin 310. — Siehe auch Ogg, C. L., sowie Steyermark, Al.

Willson, A. E. Volumetrische Bestimmung von Calcium und Magnesium mit Versene 215.

Willstätter, R. Aus meinem Leben 429 [L].

Wilson, C. L., siehe El-Badry, H., sowie McDonnell, R. F. M.

Winnacker, K., und Weingaertner, E. Chemische Technologie 445 [L].

Winnick, Th. Bestimmung der Aminosäuren 339, von Threonin 348.

Winkler, L. W. Brombestimmung durch Destillation 163.

Winter, E. Bestimmung von Ascorbinsäure neben Eisen 401 [Or].

Winter, P. K. Chlorbestimmung in organischen Substanzen 271. — Siehe auch Cooper, M. D.

Winterfeld, K. Praktikum der organisch-präparativen pharmzeutischen Chemie 394 [L].

Wit, S. L., siehe Mossel, D. A. A.

Woelfel, W. C. Colorimetrische Kupferbestimmung 238.

Wollenberg, O. Gehaltsbestimmung von Conteben 298.

Wood, E. E. Bestimmung von Fett und Zucker in Schokolade 285.

Wood, Th. R., siehe Stockes, J. L.

Woodward, C. F., siehe Swain, M. L.

Wooten, A. L., siehe Willard, H. H.

Woy, Bestimmung der Phosphorsäure 148.

Würz, A., siehe Zahn, H.

Wunderlich, G., siehe Elsermann, E.

Wurzschmitt, B. Aufschlußverfahren mit Natriumperoxyd 372.

Wurzschmitt, B., und Schuhknecht, W. Bestimmung von Pyrophosphat 17.

Wyatt, G. H., siehe Baistrow, S.

Yalçindağ, O. N. Nachweis von Arzneistoffen 288.

Yanowski, L. J., siehe Hynes, W. A.

Yanowski, L. K., siehe Cefola, M.

Yardley, J. T. Potentiometrische Titration von Kobalt 50.

Yoe, J. H., siehe Salsbury, J. M.

Young, G. T., siehe Hughes, I. W.

Young, R. S. Bestimmung kleiner Mengen von Gold, Platin und Palladium 210. — Siehe auch Hall, A. J.

Young und Eyre. Oxydation von Benzylthiosemicarbazon 298.

Yphantis, D. A., siehe Bennett, H. S.

Zahn, H., und Würz, A. Abscheidung des Tyrosins 183. — Herstellung von Dinitrofluorbenzol 186. — Zur quantitativen Bestimmung von Phenolen mit 2,4-Dinitrofluorbenzol 183 [Or].

Zapotocky, J. A., und Harris, L. E. Bestimmung der Alkaloide von Nux vomica und Chinarinde 319.

Zapp, E., siehe Schulek, E.

Zelada. Carbonat-Trennungsgang in der qualitativen Analyse 117.

Zelle, M. R., siehe Bucker, J. B.

Zerewitinoff, Th. Apparat zur Bestimmung des aktiven Wasserstoffs 130.

Zimmerli, siehe Nield.

Zimmermann, M. Bestimmung des gelösten Sauerstoffs in Wasser 390. — Bestimmung der Phosphorsäure 111.

Živopiscev, V. P. Diantipyrylmethan 118.

Zuck, D., siehe Lintner, C. J.

Zuehlke, C. W., und Ballard, A. E. Bestimmung kleinster Quecksilbermengen 138.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Ablaufbürette, Genauigkeit 323.

Abwasser, Bestimmung des Ammoniaks 389; des Gesamtchroms 427; der Sulfat-Ionen 392.

Acenaphthen, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Acenaphthylen, absorptiometrische Bestimmung 239.

Acetaldehyd, Nachweis 289; Schnellbestimmung 437; Bestimmung neben Formaldehyd 437; Bestimmung in Äthylacetat 437.

Acetol, Bestimmung 228; Kondensation mit o-Aminobenzaldehyd 228.

Acetophenon, Bestimmung in Gegenwart von Aceton 231; Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Acetpersäure, Bestimmung neben Wasserstoffperoxyd 6.

Acetyl, Bestimmung in Pektin 443.

p-Acetylaminobenzaldehyd-thiosemicarbazon, siehe Conteben.

Acetylen, Bestimmung in der Luft 383.

Acridin als Reagens zur Bestimmung von Vanadat, Chromat, Molybdat und Wolframat 40.

Acrolein, Bestimmung in Obstbränden, Maischen und Mosten 285.

Adrenalin, Bestimmung neben Noradrenalin 300.

Adria-Seewasser, Bromidgehalt 166.

Adsorptionsindicatoren, Wirkungsweise 123.

Äthan, Bestimmung in natürlichem oder gereinigtem Methan 114.

Äther siehe auch peroxydhaltiger Äther.

Ätherische Öle, Titration mit Lithiumaluminiumhydrid 305.

p-Äthoxychrysoidin, Indicator für Jodat-Titrationen 122.

Äthylacetat, Bestimmung von Acetaldehyd 437.

Äthylalkohol, Nachweis neben Glycerin 290; colorimetrische Bestimmung in Wein, Gärungsflüssigkeiten, biologischen Flüssigkeiten, plastischen Massen usw. 223.

9-Äthyl-Carbazol, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Äthylen, Bestimmung in Gasmischungen 388.

Äthylendiamintetraacetat, siehe Komplexon III, Versene.

Äthylendiamintetraessigsäure, siehe Komplexon III, Versene.

Äthylenoxyd, Bestimmung 436.

1-Äthylpyren, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Äthylurethan, Bestimmung in Körperflüssigkeiten 78.

Aktiver Wasserstoff, siehe Wasserstoff.

Albucid, Nachweis der Acetylkomponente 297.

Alfalfa, Bestimmung des Carotingehaltes 239.

Alkalijodide, Bestimmung des Bromgehaltes 168.

Alkalimetalle, Bestimmung in Organosolen 132.

Alkaliphosphat, Gruppentrennungsmittel im qualitativen Analysengang 116.

Alkaloide, Bestimmung als Reineckate 309; Bestimmung durch Ionenaustausch 397; Bestimmung in der Lupine 400; im Mutterkorn 399.

Alkaloidsalze, potentiometrische Titration 308.

Alraton, siehe α-Naphthylthioharnstoff.

Altersbestimmung von Mineralien und Gesteinen 120.

Alterungsschutzmittel 4010, Nachweis in Gummimischungen 274.

Aluminium, Bestimmung als Benzoat 356; Bestimmung in Gummimischungen 355; in Quarzit 155; in Schwerspat 236; Trennung von Beryllium 211; Bestimmung des Berylliumgehaltes 448; Bestimmung von Magnesiumspuren in Reinaluminium 449; Bestimmung des Natriumgehaltes 448; des Siliciumgehaltes 64; Bestimmung von Al_2O_3 in Aluminium 451; Löslichkeit von Silicium in Aluminium 242; colorimetrische Analyse von Mg-Al-Legierungen 430; siehe auch Natriumaluminatlösungen sowie Reinaluminium.

Aluminiumlegierungen, Bestimmung des Eisengehaltes 450; Bestimmung des Siliciumgehaltes 64; Bestimmung von Wismut, Blei und Kupfer 450; Nachweis von Zinn 449.

Aluminiumnitratlösungen, Bestimmung freier Salpetersäure 236.

Aluminiumoxyd, Bestimmung in Aluminium 451.

Aluminiumoxydhydrate, Bestimmung des Natriumgehaltes 154.

Amine, Bestimmung der aromatischen Amine 233.

p-Aminoacetophenon, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

p-Aminophenol, Bestimmung in Metol 160.

Aminosäuren, Bestimmung 339; Bestimmung nach dem Kupferverfahren 229; colorimetrische Bestimmung 468; Trennung durch Verteilungschromatographie 335; Einfluß von Zucker auf die Oxydation 350; Bestimmung von kleinen Beimengungen in Aminosäuren 431.

p-Aminosalicylsäure, Bestimmungsverfahren 301.

Amithiozon, siehe Conteben.

Ammoniak, Bestimmung in Niederschlagswässern 111; Bestimmung in Trink- und Abwasser 389.

Ammoniumbenzoat als Reagens 119.

Amytal, Nachweis 293; Bestimmung 466.

Anabasin, Nachweis 311.

Analyse des silicates (Lassieur) 444 [L.].

Analytische Methoden, Verfahrenswerte 192.

Aneurin, Bestimmung 286; siehe auch Vitamin B_1.

Anilin, Titration in nichtwäßriger Lösung 123.

Anleitung zur technisch-chemischen Analyse (Medicus) 444 [L].

Annatto, Nachweis in Fetten 277.

Anorganische Chemie (Hofmann und Rüdorff) 198 [L].

Anorganisch-präparative Chemie (Grubitsch) 363 [L].

Anthracen, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Anthrachinonderivate, Mikronachweis 459.

Antihistaminpräparate, Bestimmung von Metapyrilenhydrochlorid 396.

Antimon, Nachweis neben Zinn 221; Tüpfelreaktion mit Gossypol 221; coulometrische Bestimmung 38; elektrolytische Bestimmung neben Zinn 222; Trennung von Zinn 202; Bestimmung mit photoelektrischer Tüpfelmethode 222; Bestimmung in Bronze 63; in Kabelmantellegierungen 63.

Antipyrin, colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 454.

Antu, siehe α-Naphthylthioharnstoff.

Apfelschalen, Bestimmung des Quecksilbers 284.

Apomorphinhydrochlorid, potentiometrische Titration 309.

Apparat von Th. Zerewitinoff 130.

Aquamarin, Analyse 212.

Arecolinhydrobromid, Bestimmung 397.

Arginin, Bestimmung 468.

Aromatische Amine, Bestimmung 233.

Aromatische Nitrogruppen, Bestimmung 232.

Arsen, Bestimmung mit Thioacetamid 36; coulometrische Bestimmung 38; Destillationsapparat für $AsCl_3$ 220; nephelometrische Bestimmung 221; Nachweis in Germaniumdioxyd 9; spektroskopischer Nachweis in Germaniumdioxyd 10; Bestimmung in Blei und seinen Legierungen 177.

Arsenat, Bestimmung als Zirkoniumarsenat 221.

Arsenit, Bestimmung mit Hypochlorit 122.

Arsensulfid, Nachweis neben Germaniumsulfid 14.

Arzneimittel, Bestimmung von Urotropin 289; Analysengang 295; siehe auch pharmazeutische Präparate.

Arzneimittelanalyse (Mühlemann-Bürgin) 454 [L].

Arzneistoffe, Nachweis 288.

Arzneiwaren, Äthylalkoholbestimmung 223.

Ascorbinometrische Bestimmungen 22, 412.

Ascorbinsäure, Bestimmung neben Eisen 401; spektrophotometrische Bestimmung 287; Titration mit Dichlorphenolindophenol 401; gemeinsame Titration von Ascorbinsäure und Eisen(II)-salz mit Dichlorphenolindophenol 401; Reduktion von Molybdat 82.

Asparaginsäure, Bestimmung 468.

Asphalt, amperometrische Bestimmung von Chrom und Vanadium 72.

Aspirin, Bestimmung 395.

Atmosphärische Luft, Bestimmung von Acetylen 383; Bestimmung von Benzol und Toluol 387; Bestimmung des Bromgehaltes 235; Bestimmung von Diazoaminobenzol 385; von Kohlenwasserstoffen und Dämpfen organischer Lösungsmittel 383; von Mikromengen an Blei, Kupfer und Zinn 382; Bestimmung organischer Fluorverbindungen 386; Bestimmung von Parathion 385; Bestimmung kleiner Mengen freier Schwefelsäure 381; Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff 385; von Triäthylenglykol 384; Bestimmung von Trichloräthylen 384; kontinuierliche Ablesung des Sauerstoffgehaltes 380; Schwefeldioxydbestimmung 380.

Atropin, Bestimmung als Reineckat 309; Bestimmung in Belladonnablättern 398.

Atropinsulfat, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Aus meinem Leben (Willstätter) 429 [L].

Ausschüttelungsverfahren zur Metallbestimmung 120.

Austausch-Adsorbentien in der Lebensmittelindustrie (Grießbach) 441 [L].

Azide, Bestimmung kleinster Mengen 434.

Backpulver, Bestimmung von Calciumcarbonat 283.

Barbital, Bestimmung im Serum 466.

Barbiturate, Nachweis 291; Bestimmung in Gemischen mit Sulfonamiden und Purinen 293; Trennung von Morphin, Heroin und Codein 467.

Barbitursäure-Derivate, Bestimmung 291, 465.

Barium, Fällung mit Dimethylsulfat als Bariumsulfat 216; Bestimmung in Schwerspat 236.

Bariumsulfat, Abscheidung in reiner Form 120.

Basen, Titration in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 123.

Belladonnablätter, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 398.

Benzidinsulfat, Fällung in Anwesenheit von Chlor-Ion 149.

Benzil, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Benzocain, maßanalytische Bestimmung 297.

Benzoesäure, Mohlersche Reaktion 231.

Benzoin, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Benzol, Bestimmung in Lösungsmittelgemischen und in der Luft 387.

Benzophenon, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Benzylamin, Titration in nichtwäßriger Lösung 123.

Benzylthiosemicarbazon, Reaktion mit Eisen(III)-chlorid 298.

Beryll, Analyse 212.

Beryllium, quantitative Bestimmung und Trennung 211; Trennung von Aluminium 211; Bestimmung in Aluminium 448.

Berylliumlegierungen, Analyse 212.

Berylliumverbindungen, Bestimmung kleiner Mengen Kobalt und Nickel 52.

Betriebskontrolle und Meßwesen in der Rübenzuckerindustrie (Tödt) 445 [L].

Bichromat, siehe auch Kaliumbichromat.

Biologische Flüssigkeiten, Äthylalkoholbestimmung 223; Bestimmung des Bromgehaltes 235; Bestimmung kleinster Mengen von Aziden 434; Nachweis von Pentosen 466.

Biologisches Material, Bestimmung von Oxalat 465; Kohlenstoffbestimmung 463; Kupferbestimmung 205.

4,4-Bis(dimethylamino-thiobenzophenon (Thio-Michlers Keton) als Reagens 118.

Bisdinitrophenylbrenzcatechin, Darstellung 186.

Blei, Bestimmung als Bleiwolframat 145; Bestimmung mit Thioacetamid 37; elektrolytische Bestimmung 145; photometrische Mikrobestimmung 137; volumetrische Bestimmung 145; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 450; in Mineralien und Gesteinen 120; in Monaziten 43; im Staub und in der Luft 382; Bestimmung des Arsengehaltes 177; siehe auch Rohblei.

Bleilegierungen, Bestimmung des Arsengehaltes 177.

Blutplasma, Bestimmung von Glutamin 468.

Bodenextrakte, Borbestimmung 61.

Bor, Bestimmung in Magnesit 152; in Wasser, pflanzlichem Material, Bodenextrakten 61.

Brenzcatechin, colorimetrische Bestimmung 230.

Brom, jodometrische Bromidbestimmung über Bromcyan 161 [Or]; Bestimmung in Mineralwässern 163; in organischen Verbindungen 376; in natürlichen Salzen, in Meerwasser, in der Atmosphäre, in organischen Verbindungen und in biologischen Flüssigkeiten 234; in Seewasser und Mineralwässern 164; in Staßfurter Salzen, Kochsalz, in Jod und in Alkalijodiden 168; in Trinkwässern, in Thermalquellen, in tierischen Organen und in Laboratoriumsluft 171; Bestimmung des Chlors in flüssigem Brom 234.

Bromat, ascorbinometrische Bestimmung 412.

Bromdinitromethylgruppe, Bestimmung 232.

Bromid, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 395.

Bromometrische Titrationsmethoden 124.

Bronze, Bestimmung des Antimons 63; siehe auch Kupferlegierungen sowie Siliciumbronzehärtner.

Brucin, Titration in nichtwäßriger Lösung 123.

Bürette, Rehberg-Bürette 218; siehe auch Ablaufbürette 323.

Büretten, Füllvorrichtungen 200.

n-Butan, Bestimmung in natürlichem oder gereinigtem Methan 114.

Butter, Bestimmung des Fettgehaltes 281; Bestimmung des Gehaltes an Kupfer, Eisen und Mangan 57.

Buttergelb, Nachweis in Fetten 277.

9-Butylcarbazol, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Cadmium, Bestimmung mit Diantipyrilmethan 119; mit Thioacetamid 36; elektrometrische Titration 136; gewichtsanalytische Bestimmung 135; jodometrische Bestimmung 136; Mikrobestimmung mit Triphenylmethylarsoniumjodid 135; photometrische Mikrobestimmung 137.

Cadmiumamalgam als Ionenreduktor 126.

Cadmiumlaugen, Bestimmung des Thalliumgehaltes 153.

Calcium, Nachweis 213; Bestimmung mit Äthylendiamintetraacetat 215; mit Perchlorsäure 78; Fällung mit Dimethylsulfat als Calciumsulfat 216; volumetrische Halbmikrobestimmung 214; volumetrische Bestimmung mit Versene 215; Nachweis neben Barium und Strontium 213; Bestimmung neben Strontium 215; Bestimmung in Gummimischungen 356; in Niederschlagswässern 110; in Schwerspat 236; in Vanadiummetall 453.

Calciumcarbonat, Bestimmung in Backpulver 283.

Capillarelektrode nach Müller 234.

Carbate, siehe Dithiocarbamate 37.

Carbazol, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Carbinsäure, siehe Dithiocarbamate 37.

Carbonat, qualitativer Nachweis 216; Apparat zur Bestimmung 217; Zersetzungsgefäß 217.

Carbonsäureester, Nachweis als Hydroxamsäure 226.

Carbonylgruppe, mikroanalytische Bestimmung 188.

Carbonylverbindungen, Mikrobestimmung 224.

Carnallit, Bestimmung des Bromgehaltes 169.

Carotin, Bestimmung in Alfalfa 239.

Cartesianischer Taucher 130.

Cassia acutifolia Delile, siehe Sennablätter.

Catnip-Öl, Reaktion mit Phenylhydrazin 306.

Cerium, Fällung mit Benzoat 120; photometrische Bestimmung mit radiometrischer Korrektion 140.

Ceriterden, Trennung von Thorium 147.

Cer(IV)-sulfat, coulometrische Bestimmung 39.

Chemie der Eiweißkörper (Waldschmidt-Leitz) 436 [L].

Chemie der Phenolharze (Hultzsch) 447 [L].

Chemische Affinität (Wiberg) 364 [L].

Chemische Technologie (Winnacker-Weingaertner) 445 [L].

Chemisch-physikalische Vitaminbestimmungsmethoden (Gstirner) 440 [L].

Chinarinde, Analyse 316; Bestimmung der Alkaloide 319; Bestimmung des Chiningehaltes 317.

Chinidin, Bestimmung als Reineckat 309; Sublimationstemperatur 319.

Chinidinsulfat, potentiometrische Titration 309.

Chinin, Bestimmung als Reineckat 309; Bestimmung in Chinarinde 316; Sublimationstemperatur 319.

Chininhydrochlorid, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Chininsulfat, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Chlor, Bestimmung mit Silbernitrat und Adsorptionsindicator 122; potentiometrische Bestimmung 234; Bestimmung in der Luft 106; in organischen Substanzen 271, 375; Bestimmung des freien Chlors in Wasser 391.

Chlorcyan, Elektromerie 162.

Chlorid, maßanalytische Bestimmung mit Mercurinitrat 393; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 395.

Chlorit, Bestimmung neben Hypochlorit 161.

Chlor-Ion, Bestimmung in Niederschlagswässern 110; Bestimmung im Wasser 60.

Cholestanon, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Cholestanonol, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Cholesterin, Bestimmung 304.

Cholin, Bildung aus Serin 338.

Chrom, Bestimmung mit Perchlorsäure 77; Amperometrische Bestimmung in Stahl, Rohöl, Ölrückständen, Asphalt 72; Bestimmung in Ferrochrom 71; in Roheisen, Gußeisen oder Stahl 70; in Stahl 71, 77; spektrophotometrische Bestimmung in Stahl und Eisenlegierungen 73; Bestimmung in Schnellarbeitsstählen 76; Bestimmung von Gesamtchrom in Abwässern 427.

Chromat, coulometrische Bestimmung 38; gravimetrische Bestimmung mit Acridin 40.

Chromatographie, siehe Verteilungschromatographie, Papierchromatographie.

Chrommetall, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 65.

Cibazol, Nachweis 293.

Cinchona-Alkaloide, Bestimmung 318.

Cinchonidin, Bestimmung als Reineckat 309; Sublimationstemperatur 319; Bestimmung in Chinarinde 317.

Cinchonin, Bestimmung als Reineckat 309; Sublimationstemperatur 319.

Cineol, spektrophotometrische Bestimmung 306.

Citrusblätter, Bestimmung des Calciums und Magnesiums 215.

Citrussäfte, Papiertest 283.

Cocain, Nachweis 398; Bestimmung als Reineckat 309; Trennung von Novocain 303.

Cocainhydrochlorid, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Codein, Bestimmung 315; Trennung von Morphin, Heroin und Barbituraten 467; Bestimmung in Gewebe und Körperflüssigkeiten 466.

Codeinphosphat, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Coffein, Nachweis 293; Bestimmung 395; Titration in nichtwäßriger Lösung 123.

Colchicin, Bestimmung als Reineckat 309; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 320.

Colorimeter, einfaches photoelektrisches Instrument 128; siehe auch Differentialabsorptiometer.

Conteben, Bestimmung 297, 298.

Copalquin-Rindenextrakt, Farbreaktionen 455.

Coulometrische Titrationen 38.

Cuproin, Reagens zum Kupfernachweis 201.

Cyanhalogenverbindungen, Elektromerie 162.

Cyanide, Bestimmung im Körpergewebe 80.

Cyclobarbital, Bestimmung im Serum 466.

1,2-Cycloheptandiondioxim, Reagens auf Nickel, Darstellung 56.

1,2-Cyclohexandion-dioxim, siehe Nioxim.

Cyclopal, Bestimmung im Serum 466.

Cytosin, colorimetrische Bestimmung 458.

DDT, Nachweis neben Gammexan 32; colorimetrische Bestimmung 269; Bestimmung neben Hexachlorcyclohexan 267.

Degénan, Nachweis 293.

Dehydroascorbinsäure, Verhalten gegen Eisen(III)-salz 287.

Destillationsverfahren nach Virtanen und Mitarb. 79.

Deuterium, Bestimmung in Wasser 131.

Deutsche Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten 444 [L].

Dextrin, Bestimmung in Honig 280.

Diacetyl, Reaktion mit Chromotropsäure 228.

Diacetylmorphinhydrochlorid, potentiometrische Titration 309.

Diacetylperoxyd, Bestimmung 6.

o-Diaminobenzol, Reaktion mit Ferrichlorid 33.

Diantipyrylmethan als Reagens 118.

Diazoaminobenzol, Bestimmung in der Luft 385.

Diazobasen, betriebstechnische Bestimmung 238.

Dibenzoylperoxyd, jodometrische Bestimmung 6.

2,2′-Dichinolyl, siehe Cuproin.

Dichlordiphenyltrichloräthan, siehe DDT.

Differentialabsorptiometer zur Analyse von flüssigen Nährstoffgemischen 129.

Digitalis, Prüfung 460.

Digitalis-Glucoside, Bestimmung 460.

Digitalis purpurea L., siehe Digitalis-Glucoside.

Digitoxin, Bestimmung 460.

Digoxin, Bestimmung 460.

9,10-Dihydrophenanthren, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Dimethylglyoxim, siehe Glyoxim 115.

Dinitrofluorbenzol, Darstellung 186.

Dinitrophenol, Fällung mit Nitron 185.

Dinitrophenylsalicylaldehyd, Darstellung 186.

Dioxybenzole, colorimetrische Bestimmung 230.

Diphenyl, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Diphenylcarbazidlösung, Herstellung 428.

Diphenylguanidin, Urtitersubstanz 123.

Diphenylharnstoffchlorid, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Diphenyloxyd, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Dithiocarbamate, Fällungsreagenzien für Metalle 37.

Doppeltitration 327.

Einführung in die organische Chemie (Diels) 365 [L].

Eisen, ascorbinometrische Bestimmung 22; Ausschütteln als Cupferrat 50; colorimetrische Bestimmung mit „TTA“ 49; maßanalytische Bestimmung neben Titan 450; Mikrobestimmung durch Reduktion mit Zinkamalgam 48; photometrische Mikrobestimmung 137; spektralphotometrische Bestimmung neben Kobalt und Kupfer 53; Titration alkoholhaltiger Lösung 48; Titration zuckerhaltiger Lösungen 48; Titration mit Quecksilber(I)-nitratlösung 47; Trennung als basisches Formiat 49; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 450; in Butter 57; in Eisenoxydrot, Ocker und ähnlichem Material 237; in keramischen Materialien 157; in Quarz 155; in Schwerspat 236; in Silicaten 156; in Siliciumbronzehärtnern 448; in Titanmetall 64; Bestimmung des zweiwertigen Eisens in Silicaten 156; Bestimmung des Aluminiumgehaltes in Eisen 66; Nachweis von Eisen(III)-Ionen durch katalytische Wirkung 202; siehe auch Roheisen, Gußeisen.

Eisen(II)-Alkalitartrat-Komplexe 411.

Eisen(II)-salz, Oxydation durch Dichlorphenolindophenol 401.

Eisen(II) + Luftsauerstoff, induzierende Wirkung 410.

Eisen(II)-salz und Ascorbinsäure, gemeinsame Titration mit Dichlorphenolindophenol 401.

Eisen(III)-cupferrat, Verteilung zwischen Chloroform und wäßriger Phase 50.

Eisenlegierungen, colorimetrische Kupferbestimmung 205; spektrophotometrische Bestimmung von Chrom und Mangan 73.

Eisen-Nickel-Erze, photocolorimetrische Kobaltbestimmung 157.

Eisenoxydrot, Bestimmung des Eisengehaltes 237.

Elaidinsäure, siehe Oktadecensäure.

Elektrolyse, Instrument zur Elektrolyse mit kontrolliertem Potential 128.

Elektromerie der Cyanhalogenverbindungen 162.

Elementaranalyse, Bestimmung der Halogene 375; des Kohlenstoffs 367; des Sauerstoffs 369; des Schwefels 372; Bestimmung von Schwefelspuren 374; Schwefelbestimmung unter Anwendung von schweren Isotopen 372; Mikroschwefelbestimmung 373; Bestimmung des Stickstoffs 370; des Wasserstoffs 367; Mikrofluorbestimmung 379.

Emetin, Bestimmung als Reineckat 309.

Emetinhydrochlorid, potentiometrische Titration 309.

Enzymatische Analyse (Stetter) 439 [L].

Ephedrin, Bestimmung als Reineckat 309.

Ephedrinhydrochlorid, potentiometrische Titration 309.

Erbium, photometrische Bestimmung 141.

Erze, Kupferbestimmung 205.

Essigsäure, Bestimmung 281.

Eukalyptol, siehe Cineol.

Europium, photometrische Bestimmung 141.

Evipan, Nachweis 293.

Ferrat, siehe Kaliumferrat.

Ferrochrom, Chrombestimmung 71.

Ferromangan, Bestimmung des Mangans 45.

Ferrophosphor, Bestimmung des Phosphors 62.

Ferrowolfram, Bestimmung des Zinngehaltes 68.

Fett, Bestimmung in Lebensmitteln und Futtermitteln 276; in Milch, Milcherzeugnissen, Butter, Käse und Speiseeis 281; in Schokolade 285.

Fette, Nachweis von Antioxydantien (Progallin P) 277; Nachweis der künstlichen Färbung 277.

Fettsäuren, Bestimmung in Mehl 283; Bestimmung der α,β-ungesättigten Fettsäuren 225; Bestimmung der ungesättigten Fettsäuren durch die Bromid-Bromatmethode 225.

Feuchtigkeit, Bestimmung in weißem Zucker 280.

Fischmehle, Bestimmung des Fettgehaltes 276.

Fluor, Bestimmung in monofluorierten organischen Verbindungen 386.

Fluoren, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Fluorine Chemistry (Simons) 433 [L].

Fluor-Ion, maßanalytische und colorimetrische Bestimmung 386.

Folsäure, Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 308.

Formaldehyd, Reaktion mit Chromotropsäure 228; mercurimetrische Bestimmung 333; Mikrobestimmung mit Chromotropsäure 224; Bestimmung neben Acetaldehyd 437.

Fruchtsäfte, Äthylalkoholbestimmung 223.

α-Fructose, analytische und chromatographische Untersuchung 253.

Funktionelle Gruppen, Bestimmung mit Lithiumaluminiumhydrid 198.

Furfurol, Bestimmung 438.

α-Furildioxim, Reagens auf Palladium, Darstellung 56.

Futtermittel, Bestimmung des Fettgehaltes 276; Bestimmung von Vitamin K_3 287.

Futterpflanzen, Bestimmung des Zukkergehaltes 59.

Gadolinium, photometrische Bestimmung 141.

Gärungsflüssigkeiten, Äthylalkoholbestimmung 223.

Gallium, photometrische Bestimmung als Oxinat 139; Bestimmung neben viel Aluminium 140.

Gammexan, Bestimmung neben den Isomeren 32; Nachweis neben DDT 32.

Gasbrenner für hohe Temperaturen 431.

Gase, Bestimmung von Äthylen 388.

Gefrierpunkt, Bestimmung 127.

Gemälde, Mikromethoden zur Untersuchung 240.

Germanium, Bestimmung neben Arsen 15; Bestimmung und Trennung durch Fällung mit Tannin 144; colorimetrische Mikrobestimmung 81.

Germaniumdioxyd, Nachweis des Arsengehaltes 9; spektroskopischer Nachweis des Arsengehaltes 10.

Germaniumsulfid, Nachweis von Arsensulfid 14.

Gewebe, Bestimmung von Cyaniden 80; Bestimmung von Morphin, Codein und Heroin 466; Bestimmung von Sulfhydrilgruppen 79; Nachweis von schwefliger Säure und Thiolen 276.

Gitoxin, Bestimmung 462.

Gläser, Bestimmung des Mangangehaltes 46.

Glas, Bestimmung des zweiwertigen Eisens 156.

Glas im chemischen Laboratorium (Friedrichs) 364 [L].

Glucose, Bestimmung 254; jodometrische Bestimmung 279.

α-Glucose, analytische und chromatographische Untersuchung 253.

Glutamin, Bestimmung im Blutplasma 468.

Glutaminsäure, Bestimmung 468.

l-Glutaminsäurehydrochlorid, Bestimmung von Beimengungen von l-Asparaginsäurehydrochlorid oder α-Glutaminsäurehydrochlorid 431.

Glycerin, Nachweis neben Äthylalkohol 290.

Glycin, Bestimmung 468.

Glykole, Bestimmung 339.

Glyoxim, Bestimmung neben Methylglyoxim und Dimethylglyoxim 115.

Gold, Nachweis mit Parafuchsin 209; spezifische Tüpfelreaktion 208; Bestimmung mit Morpholin-Oxalat 209; Bestimmung mit Thio-Michlers Keton 118; gravimetrische Mikrobestimmung 209; Bestimmung in Goldoleosol 210; Bestimmung kleiner Mengen in Kupellationskorn 210.

Goldoleosole, Bestimmung des Goldes 210.

Grahamsches Salz 86; Analyse 246.

Gummimischungen, Bestimmung von mineralischen Füllstoffen 352; Entfernung des organischen Materials 352; Glühverlust 353; Nachweis von Thiuram und Alterungsschutzmittel 4010 274; Nachweis des Titans 354.

Gußeisen, Chrombestimmung 70; Kupferbestimmung 66.

Halbleiterpulver, Bestimmung des Reduktionsgrades 158.

Halogen, potentiometrische Bestimmung 375.

Halogencyanide, siehe auch Cyanhalogenverbindungen.

Halogenierte Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in coffeinfreiem Kaffee 443.

Handbuch der analytischen Chemie 2. Teil, Band VIIIb β (Fresenius-Jander) 432 [L].

Handbuch der analytischen Chemie 3. Teil, Bde. IVb, Va γ, VIIa α (Fresenius-Jander) 433 [L].

Handbuch der präparativen anorganischen Chemie (Brauer) 363 [L].

Harn, Bestimmung des Bromgehaltes 235.

Harnsäure, Reagens 458.

Hartblei, siehe Bleilegierungen.

Hefewein, Nachweis 285.

Hefepreßwein, Nachweis 285.

2-Heptadecensäure, Bestimmung 226.

Heroin, Bestimmung in Gewebe und Körperflüssigkeiten 466; Trennung von Morphin, Codein und Barbituraten 467.

Hexachlorcyclohexan, Bestimmung neben DDT 267.

α-Hexachlorcyclohexan, Überführung in Benzol 32.

γ-Hexachlorcyclohexan, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 303; siehe auch Gammexan.

Hexachloroselen(IV)-säure 105.

Hexametaphosphat, Bestimmung 87; Metaphosphattitration 246.

Histidin, Bestimmung 468.

Hochtemperaturstähle, Bestimmung von Niob und Wolfram 69.

Holzöl (Fonrobert) 446 [L].

Homatropinhydrobromid, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Honig, Bestimmung der Kohlenhydrate 279.

Hydrastin, Bestimmung als Reineckat 309.

Hydroxamsäuren, Bestimmung langkettiger Hydroxamsäuren 227.

Hydroxylaminzahl, Kennzeichnung der Ketone 225.

Hyoscin, Bestimmung als Reineckat 309.

Hypobromit, Bestimmung neben Hypochlorit 161.

Hypochlorit, Bestimmungsmethoden 434.

Indium, amperometrische Bestimmung 134.

Induktion, chemische 425.

Infrarot-Spektroskopie 114.

Insulin, Unterscheidung von frischem und altem Insulin 294.

Inulin, Bestimmung im Plasma und Urin 78.

Invertzucker, Bestimmung im Honig 279.

Ionenaustauscher zur Säurebestimmung in Salzlösungen 123.

Isobutan, Bestimmung in natürlichem oder gereinigtem Methan 114.

Isobuttersäure, Darstellung des Amidoxims 138.

Isobutylen, Bestimmung in Gemischen mit normalem Butylen und Butadien 388.

Isoleucin, chromatographische Bestimmung 79.

Isopropylalkohol, Nachweis 223.

Isovalin, Bestimmung 468.

Jod, Bestimmung in Mineralwasser 393; in organischen Verbindungen 376; Mikrobestimmung in pflanzlichem Material 159; Bestimmung des Bromgehaltes 168.

Jodat, ascorbinometrische Bestimmung 22.

Jodid, ascorbinometrische Bestimmung 22; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 395; Oxydation zu Jodat 30.

Jodoformreaktion, Anwendungen in der Analyse 437.

Jodstärkekomplex, Eigenschaften 151.

Käse, Bestimmung des Fettgehaltes 281.

Kaffee, Bestimmung der halogenierten Kohlenwasserstoffe in coffeinfreiem Kaffee 443.

Kakaoprodukte, Theobrominbestimmung 442.

Kalium, absorptiometrische Bestimmung als Hexanitritokobaltat(III) 133; Bestimmung mit Perchlorsäure 78; Zusammensetzung des Kalium-Natriumsalzes der Hexanitrito-kobalt-(III)-säure 132.

Kaliumäthyldithiocarbonat als Trennungsreagens im qualitativen Analysengang 116.

Kaliumbichromat, coulometrische Bestimmung 39.

Kaliumchlorid, Bestimmung des Bromgehaltes 168.

Kaliumferrat, Gehaltsbestimmung 435.

Kaliumjodid, Bestimmung des Bromgehaltes 168.

Keramische Materialien, Bestimmung von Eisen und Titan 157.

Kesselwasser, Bestimmung der Sulfat-Ionen 392.

Ketchups, Analyse 284.

β-Ketole, Nachweis mit der Jodoformreaktion 437.

Ketone, Kennzeichnung durch die Hydroxylaminzahl 225; Nachweis der $\alpha.\beta$-ungesättigten Ketone mit der Jodoformreaktion 437.

Kieselsäure, Tüpfelnachweis 143; Bestimmung 355; Bestimmung kleiner Spuren 144; Bestimmung neben viel Fluorid 143; Bestimmung im Meerwasser 62.

Kobalt, Bestimmung mit Diantipyrylmethan 118; colorimetrische Bestimmung mit Nitroso-R-Salz 51; potentiometrische Titration 50; spektralphotometrische Bestimmung neben Kupfer und Eisen 53; Bestimmung in Gegenwart nichtflüchtiger Radikale 51; Trennung von anderen Metallen 204; Bestimmung in Berylliumverbindungen 52; im Nickelelektrolyten und in Nickelmetall 53; in Schnellarbeitsstählen 75; photocolorimetrische Bestimmung in Eisen-Nickel-Erzen 157.

Kobaltlegierungen, Bestimmung des Nickelgehaltes 55.

Kobaltsalze, Nachweis des Zinkgehaltes 158.

Kochsalz, Bestimmung des Bromgehaltes 168.

Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Äthylurethan 78; Bestimmung von Morphin, Codein und Heroin 466.

Kohle, Bestimmung des Schwefels 96.

Kohlendioxyd, Bestimmungsapparat 217.

Kohlenhydrate, Bestimmung im Honig 279.

Kohlenoxyd (Schmidt) 447 [L].

Kohlenstoff, Bestimmung in biologischem Material 463; Bestimmung in organischen Substanzen 367; Verbrennungsgemisch nach van Slyke-Folch 464; siehe auch Elementaranalyse; Mikroelementaranalyse; Mikro-Verbrennungsmethode.

Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in der Luft 383; siehe auch halogenierte Kohlenwasserstoffe.

Kollargol, siehe medizinische Silberpräparate 207.

Komplexon III, bei der Trennung des Berylliums von anderen Elementen 211; als Maskierungsreagens bei der Kupferbestimmung 205.

Kraftstoffe, Äthylalkoholbestimmung 223.

Kreide, Bestimmung in Mehl 56.

Kresole, Bestimmung der Isomeren 115.

Kristallchemie und Kristallphysik metallischer Werkstoffe (Halla) 364 [L].

Krypton, Bestimmung in kleinen Konzentrationen 132.

Kupfer, absorptiometrische Bestimmung mit Diäthyldithiocarbamat 203; amperometrische Titration mit Chinolin-8-carbonsäure 203; Bestimmung mit Thio-Michlers Keton 118; colorimetrische Bestimmung 238; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen mit Pyridin und Salicylsäure 205; colorimetrische Bestimmung mit Di-

äthyldithiocarbamat in Gegenwart anderer Metalle 205; elektrolytische Bestimmung aus Silberchloridfiltraten 202; photometrische Bestimmung in Gegenwart von Wismut 204; spektralphotometrische Bestimmung neben Kobalt und Eisen 53; Nachweis und colorimetrische Bestimmung mit Tetrabromphenolphthalein 206; mit „Cuproin" 201; Nachweis durch katalytische Wirkung 202; Trennung von Pb, Ni, Hg, Co, Cd und Zn mit Chinolin-8-carbonsäure 203; Trennung von Zinn 202; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 450; in Berylliumverbindungen 204; in Butter 57; in Mischfutter 238; in Siliciumbronzehärtnern 448; in Stahl und Gußeisen 66; in Stahl, in Erzen oder Leichtmetallegierungen 205; im Staub und in der Luft 382; colorimetrische Bestimmung in biologischem Material, in Lebensmitteln, in Erzen Schlacken, Eisen- und Nichteisenlegierungen 205; elektrolytische Bestimmung in zinnhaltigen Legierungen 202.

Kupferlegierungen, Trennung des Kupfers von Zinn 202.

Kurrolsches Salz, Konstitution 86.

Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker (Beythien) 440 [L].

Laboratoriumsluft, Bestimmung des Bromgehaltes 171.

Lacklösungsmittel, Äthylalkoholbestimmung 223.

Lactyl-phenetidin, Nachweis 289.

Lakritzenpastillen, Bestimmung von Menthol 307.

Lanatoside C, Bestimmung 460.

Lebensmittel, Bestimmung des Fettgehaltes 276; Bestimmung des Wassergehaltes in flüssigen Lebensmitteln 280; Kupferbestimmung 205.

Legierungen, colorimetrische Analyse binärer Legierungen 430.

Lehrbuch der organischen Chemie (Hollemann-Richter) 365 [L].

Lehrbuch der organischen Chemie (Karrer) 435 [L].

Leichtmetallegierungen, Kupferbestimmung 205.

Les Méthodes semi-micro dans l'analyse organique quantitative (Belcher-Godbert) 366 [L].

Leucin, Bestimmung 468.

Ligninsulfosäure, Hydrolyse 350.

Lithium, Bestimmung 329; Rückgewinnung des Uranylacetats von der Lithiumbestimmung 132.

Lithiumaluminiumhydrid, Reagens zur Bestimmung funktioneller Gruppen 198; zur Bestimmung von ätherischen Ölen und pharmazeutischen Verbindungen 305.

Lösungsmittelgemische, Bestimmung von Benzol und Toluol 387.

Lorexan, siehe γ-Hexachlorcyclohexan.

Luft, Bestimmung des Oxydationswertes 106; der oxydierend wirkenden Beimengungen 106; siehe auch Atmosphärische Luft, Laboratoriumsluft.

Luminal, Nachweis 292, 293.

Lupine, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 400.

Magnesia, Bestimmung des Borgehaltes 152.

Magnesit, Bestimmung des Borgehaltes 152.

Magnesium, Bestimmung mit Äthylendiamintetraacetat 215; conductometrische Titration 212; volumetrische Bestimmung 134; volumetrische Bestimmung mit Versene 215; Bestimmung in Gummimischungen 358; in Niederschlagswässern 110; in Reinaluminium 449; in Schwerspat 236; in Vanadiummetall 453; colorimetrische Analyse von Mg-Al-Legierungen 430.

Magnesium-Ammonium-Phosphat, Abscheidung in analysenreiner Form 120.

Maßanalyse, Steigerung der Genauigkeit 321.

Maßkolben, Nacheichung 323.

Maßlösungen, Einstellung 122; Standardisation 121.

Maischen, Bestimmung von Acrolein 285.

Maltose, analytische und chromatographische Untersuchung 253.

Mangan, Mikronachweis 45; Bestimmung mit Perchlorsäure 78; nach Procter-Smith 45; Bestimmung in Butter 57; in Ferromangan, Silicomangan, Silicium - Mangan - Aluminium, Silicium-Mangan-Chrom und Manganmineralien 45; in Gläsern 46; in Titanmetall 64; spektrophoto-

metrische Bestimmung in Stahl und Eisenlegierungen 73.

Manganammoniumphosphat, Abscheidung in analysenreiner Form 120.

Manganmineralien, Bestimmung des Mangans 46.

Manostaten auf dem Prinzip des Cartesianischen Tauchers 130.

Margarine, Bestimmung des Vitamin-A-Gehaltes 286.

Medizinische Silberpräparate, Bestimmung des Silbers 207.

Meerwasser, Bestimmung von anorganischem Phosphor und Gesamtphosphor 60; Bestimmung des Bromgehaltes 234.

Mehl, Bestimmung der freien Fettsäuren 283; des Säuregrades 282; Bestimmung von Kreidepräparaten in Mehl 56.

Mehrkernige Verbindungen, Trennung und Analyse durch Gegenstromverteilung 199.

Melezitose, analytische und chromatographische Untersuchung 253.

Melkfette, Nachweis von Osmaron B 276.

Menthol, Bestimmung in Lakritzenpastillen 307.

Messing, siehe Kupferlegierungen.

Meßpipetten, Nacheichung 322.

Metalle, Änderung der Leitfähigkeit durch Verunreinigungen 241; Bestimmung mit Hilfe von Ausschüttelungs-Reaktionen 120.

Metalloxyde, Sauerstoffbestimmung159.

Metallpulver, Bestimmung des Reduktionsgrades 158.

Metallsulfide, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 159.

Metaphosphat, Bestimmung 87; Bestimmung neben Pyrophosphat 86, 245; siehe auch Hexametaphosphat, Grahamsches Salz, Kurrolsches Salz.

Metapyrilenhydrochlorid, Bestimmung in Antihistamin-Präparaten 396.

Methan, Bestimmung der Beimengungen in natürlichem oder gereinigtem Methan 114.

Methadonhydrochlorid, Reaktionen 396.

1-Methyl-5-amino-acridin, quantitative Bestimmung 307.

p-Methylaminophenolsulfat, siehe Metol.

4-Methyl-2,6-Ditertiär-Butyl-Phenol, Bestimmung, Mischung mit isomeren Verbindungen 116.

9-Methylfluoren, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Methylglyoxal, fluorometrische Bestimmung 227.

Methylglyoxim, siehe Glyoxim.

Methylnaphthaline, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

2-Methyl-1,4-naphthochinon, siehe Vitamin K_3.

9-Methylphenanthren, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Metol, Bestimmung von p-Aminophenol 160.

Mikroanalyse, Gang der qualitativen Analyse 117.

Mikrobüretten, Kalibrierung 127.

Mikroelementaranalyse 295; C-H-Bestimmung 368; Geräte 367; Sauerstoffbestimmung 369; siehe auch Elementaranalyse.

Mikroinjektionspipetten, Kalibrierung 127.

Mikro-Reduktorbürette 199.

Mikro-Verbrennungsmethode 367.

Mikrowaage 129.

Milch, Bestimmung des Fettgehaltes 281; des Milchzuckers 281; des Vitamin-B_1-Gehaltes 287.

Milchsäure, Nachweis 289; halbquantitative Farbreaktion 229; Bestimmung 281; Gehalt an Lactylmilchsäure und polymeren Estern 226; Vorhandensein monomerer und polymerer Form im System Milchsäure-Methyllactat 438.

Milchsaure Salze, Nachweis 289.

Milchzucker, Bestimmung in Milch 281.

Mineralien, Bestimmung von Zirkonium 219.

Mineralöle, Infrarot-Spektralanalyse115.

Mineralölemulsionen, Bestimmung des Phenolphthaleins 307.

Mineralwässer, Bestimmung des Bromidgehaltes 163, 164; des Jodgehaltes 393; des Strontiums 332.

Mira-Bitterwasser, Bromgehalt 167.

Mischfutter, Bestimmung des Kupfergehaltes 238.

Mohlersche Reaktion 231.

Mohnalkaloide, photometrische Bestimmung 314.

Mohnkapseln, Bestimmung von Morphin 313.

Molybdän, Bestimmung mit Perchlorsäure 78; potentiometrische Bestimmung neben Titan 145; Bestimmung in nichtrostenden Stählen 77; Bestimmung in Schnelldrehstählen 74, 75; colorimetrische Bestimmung in Stahl 75; colorimetrische Bestimmung in Pflanzen 159.

Molybdänoxyde, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 159.

Molybdat, gravimetrische Bestimmung mit Acridin 40; Reduktion durch Ascorbinsäure 82.

Monazit, Bestimmung von Blei und Uran 43.

Monazitsand, Thoriumbestimmung 146.

Morphin, Bestimmung 313; Bestimmung als Reineckat 309; Trennung von Heroin, Codein und Barbituraten 467; Bestimmung in Gewebe und Körperflüssigkeiten 466; in Mohnkapseln 313; in Opium und Opiumpräparaten 312.

Morphinhydrochlorid, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Morphinsulfat, potentiometrische Titration 309.

Moste, Bestimmung von Acrolein 285.

Muritan, siehe α-Naphthylthioharnstoff.

Musal, siehe α-Naphthylthioharnstoff.

Mutterkorn, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 399.

Nahrungsmittel, Nachweis von schwefliger Säure und Thiolen 276.

Naphthalin, Bestimmung des Thionaphthengehaltes 115; Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Naphthole, betriebstechnische Bestimmung 238.

α-Naphthylthioharnstoff, Nachweis 290.

Natrium, Bestimmung in Aluminium 448; Bestimmung in calcinierter Tonerde und in Aluminiumhydraten 154; Rückgewinnung des Uranylacetats von der Natriumbestimmung 132.

Natriumaluminatlösungen, Bestimmung der Alkalität und des Aluminiumgehaltes 154.

Natriumgentisat, Bestimmung 302.

Natriumpentachlorophenolat, spektralphotometrische Bestimmung 239.

Natriumperoxyd, Bestimmung 1; Bestimmung der höheren Oxyde des Natriums 1.

Natriumsuperoxyd, Bestimmung 1.

Natürliche Salze, Brombestimmung 234.

Neodym, Bestimmung 143; photometrische Bestimmung 141.

Neuere maßanalytische Methoden (Brennecke) 362 [L].

Nichteisenlegierungen, Kupferbestimmung 205.

Nichtrostende Stähle, photocolorimetrische Analyse 76.

Nickel, Nachweis mit Nioxim 54; Bestimmung mit 1,2-Cycloheptandiondioxim 56; Bestimmung mit Perchlorsäure 78; Mikrobestimmung mit Nioxim 54; Bestimmung in Beryllium verbindungen 52; in Kobaltlegierungen 55; in Nickelmetall 454; in nichtrostenden Stählen 76; siehe auch Nickelperoxyd.

Nickelelektrolyt, Bestimmung kleiner Mengen Kobalt 53.

Nickelmetall, Bestimmung des Kobaltgehaltes 53; des Siliciumgehaltes 65.

Nickeloxyd, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 159.

Nickelperoxyd, Verbindungen mit Dimethylglyoxim 55.

Nicotin, Nachweis 311; Bestimmung mit Silicowolframsäure 309; spektrophotometrische Bestimmung 310; UV-Absorption 310.

Niederschlagswässer, Bestimmung der Pflanzennährstoffe 109.

Niob, Bestimmung in Hochtemperaturstählen 69; Bestimmung im Stahl mit Perchlorsäure 78.

Nioxim, Reagens auf Nickel 54.

Nitrat, titrimetrische Bestimmung 434; Bestimmung in natürlichen Wässern 59; in Niederschlagswässern 111.

Nitrit, Bestimmung in Niederschlagswässern 111.

Nitrogruppen, Bestimmung aromatischer Nitrogruppen 232.

2-Nonadecansäure, Bestimmung 226.
2-Nonensäure, Bestimmung 226.
Norephedrinhydrochlorid, potentiometrische Titration 309.
Norleucin, Bestimmung 468.
Nornicotin, Nachweis 311.
Novocain, maßanalytische Bestimmung 303; Trennung von Cocain 303.
Novocainbase, Bestimmung in Novocainpenicillat 302.
Novocainpenicillat, Bestimmung der Novocainbase 302.
Nux vomica, Bestimmung der Alkaloide 319.

Obstbrände, Bestimmung von Acrolein 285.
Ocker, Bestimmung des Eisengehaltes 237.
Ölrückstände, amperometrische Bestimmung von Chrom und Vanadium 72.
2,3-Ölsäure, Absorptionsspektrum 226.
Oktadecensäuren, Bestimmung der cis- und trans-Verbindungen 115.
Opium, Bestimmung von Morphin 312.
Organische Lösungsmittel, Bestimmung der Dämpfe in der Luft 383.
Organische Substanzen, Bestimmung des Schwefels 153; Chlorbestimmung 271; Oxydation mit Wasserstoffperoxyd 154; oxydative Zersetzung 367; siehe auch Mikroelementaranalyse.
Organische Verbindungen, Anwendungen der Jodoformreaktion in der Analyse 437; Aufschlußverfahren mit Natriumperoxyd 372; Kaliumaufschluß 378; Bestimmung des Bromgehaltes 235; Bestimmung der endständigen Bromdinitromethylgruppe 232; Bestimmung kleiner Osmiummengen 379; mikroskopische Identifizierung 436; Ramanspektren 116; siehe auch Elementaranalyse.
Organosole, Bestimmung der freien Alkalimetalle 132.
Osmaron B, Nachweis in Melkfetten 276.
Oxalat, Bestimmung in biologischem Material 465.
Oxalsäure, photometrische Bestimmung 229.
Oxin, Bestimmung 234.
Oxybenzaldehyd, Reaktion mit Natriumäthylat 183.
p-Oxybenzaldehyd, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.
8-Oxychinolin, coulometrische Mikrobestimmung 38.
Oxydationswert der Luft, Bestimmung 106.
Ozon, Bestimmung in der Luft 106.

Palladium, Bestimmumg mit α-Furildioxim 56; mit Thio-Michlers Keton 118; Bestimmung kleiner Mengen im Kupellationskorn 210.
Paludrin, siehe Prognanil.
Pantocain, Nachweis 288.
Papaverin, Bestimmung 315.
Papaverinhydrochlorid, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.
Papierchromatographie, Ausschneidemethode 335; Bestimmung von Sacchariden 335; Planimetrierung der Fleckengröße 335; radiometrische Bestimmungen 335.
Parathion, Bestimmung in der Luft 385.
Pektin, Acetylbestimmung 443.
Pentobarbital, Bestimmung im Serum 466.
Pentosane, Bestimmung 438.
Pentosen, Bestimmung 438; Bestimmung in Gegenwart von Hexosen und Uronsäuren 466; Nachweis in biologischen Flüssigkeiten 466.
Pentothal, Nachweis 293.
Permanganat-Oxalsäurereaktion, Kinetik 195.
Permanganatreduktion, Mechanismus 424.
Perchlorsäure, Anwendung in der Eisenhüttenbetriebsanalyse 77.
Peroxydhaltiger Äther, Gefahr der Verwendung 441.
Peroxyverbindungen, Bestimmung 1; jodometrische Bestimmung 7.
Persäuren, Bestimmung 6; bromometrische Bestimmung 6; jodometrische Bestimmung 6.
Petroleumprodukte, amperometrische Bestimmung von Chrom und Vanadium 73.
Pflanzen, Bestimmung des Molybdängehaltes 159.
Pflanzenextrakte, Nachweis und Bestimmung 290.

Pflanzennährstoffe, Bestimmung in Niederschlagswässern 109.

Pflanzenteile, Bestimmung von Antipyrin 455.

Pflanzliche Substanzen, Schwefelbestimmung 464.

Pflanzliches Material, Bestimmung des Calciums und Magnesiums 215; Borbestimmung 62; Jodbestimmung 159.

p_H-Bestimmung, Messung hoher p_H-Werte 121; Salzfehler 121.

Pharmazeutische Präparate, Bestimmung des Colchicins 320; Bestimmung der Halogene 395; Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 303; Bestimmung der Polyäthylenoxyde 400.

Pharmazeutische Verbindungen, Titration mit Lithiumaluminiumhydrid 305.

Pharmazeutische Zubereitungen, Bestimmung der Folsäure 308.

Phenacetin, Bestimmung 395.

Phenanthren, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Phenanthridin, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Phenobarbital, Untersuchung 292; Bestimmung im Serum 466.

Phenol, Bestimmung mit 2,4-Dinitrofluorbenzol 183.

Phenole, Identifizierung mit 2,4-Dinitrochlorbenzol 183.

Phenolphthalein, Bestimmung in Mineralölemulsionen 307.

Phenylbarbitursäureverbindungen, Nachweis 292.

Phenylephrin, colorimetrische Bestimmung 294.

Phloroglucin, colorimetrische Bestimmung 230; Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Phosphate, Bestimmung der verschiedenen Phosphate nebeneinander 17.

Phosphat, colorimetrische Bestimmung in Wasser 60.

Phosphor, Bestimmung mit Perchlorsäure 78; Mikrobestimmung, Druckfehlerberichtigung 468; Bestimmung im Meerwasser 60, 62; Bestimmung in Phosphorkupfer 62; Bestimmung in Phosphorkupfer und Ferrophosphor 62; colorimetrische Bestimmung in organischen Substanzen 148.

Phosphorkupfer, Bestimmung des Phosphors 62.

Phosphorsäure, Bestimmung als Ammoniumphosphormolybdat 148; Bestimmung in Niederschlagswässern 111; Gruppentrennungsmittel im qualitativen Analysengang 116.

Photoelektrische Tüpfelmethode 222.

Phthalaldehydsäure, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Phthalsäureester, Bestimmung komplexer Phthalsäureester 231.

Phthalylsulfathioazol, Identifizierung 293, 295.

Physical Methods in Chemical Analysis (Berl) 361 [L].

Physico-chemical Constants of pure Organic Compounds (Timmermans) 366 [L].

Physikalische Chemie (Schäfer) 365 [L].

Pikrate, Mikroanalyse 368.

Pikrinsäure, colorimetrische Bestimmung 438.

Pilocarpin, Bestimmung als Reineckat 309.

Pilocarpinhydrochlorid, Bestimmung 397.

Pilocarpinnitrat, potentiometrische Titration 309.

Pilzdüngemittel, Oxalatbestimmung 465.

Piperonal, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Pipetten, Füllvorrichtungen 200; siehe auch Meßpipetten.

Plasma, Bestimmung von Inulin 78.

Plastische Massen, Äthylalkoholbestimmung 223.

Platin, Bestimmung mit Thio-Michlers Keton 118; Bestimmung kleiner Mengen im Kupellationskorn 210.

Platinschwarz, Herstellung 311.

Polyäthylenoxyde, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 400.

Potentiometrische Titrationen, Bestimmung des Äquivalenzpunktes 124.

Potentiostat 128.

Präparative anorganische Chemie (Hecht) 362 [L].

Praktikum der organisch-präparativen pharmazeutischen Chemie (Winterfeld) 394 [L].

Praseodym, photometrische Bestimmung 141.

Probierwaage 129.

Procainhydrochlorid, maßanalytische Bestimmung 297.

Progallin P, Nachweis in Speisefetten 277.

Progesteron, Bestimmung in öliger Lösung 304.

Prognanil (Paludrin), Bestimmung 294.

Prominal, Nachweis 292, 293.

Prontosyl, Nachweis 288.

Propan, Bestimmung in natürlichem oder gereinigtem Methan 114.

Propylenglykol, Bestimmung der Reinheit 288.

Propylgallat, siehe Progallin P.

Proseptasin, Identifizierung 295.

Protargol, siehe medizinische Silberpräparate.

Purine, Fällung mit Palladium(II)-chlorid 458; Nachweis neben Barbituraten und Sulfonamiden 293.

Pyren, Verteilung zwischen Cyclohexan und Äthylalkohol 199.

Pyridin, Titration in nichtwäßriger Lösung 123.

Pyrophosphat, Bestimmung nach Britske und Dragunow 17; Bestimmung neben hochpolymerem Metaphosphat 86, 245; Bestimmung neben Trimetaphosphat 21.

Qualitative Analyse, Trennungsgänge ohne Anwendung von Schwefelwasserstoff 116.

Qualitative Arzneimittelanalyse (Mühlemann-Bürgin) 454 [L].

Quarz, colorimetrische Eisenbestimmung 155.

Quarzit, Bestimmung des Aluminiumgehaltes 155.

Quecksilber, Bestimmung mit Thioacetamid 37; Bestimmung mit Thio-Michlers Keton 118; photometrische Bestimmung kleinster Mengen 138; photonephelometrische Bestimmung 139; Bestimmung in Apfelschalen 284; in Quecksilbersalicylat 301; spezifischer Nachweis des einwertigen Quecksilbers 138; volumetrische Bestimmung von Quecksilber(I)-salzen 138.

Quecksilbersalicylat, Bestimmung des Quecksilbers 301.

Quercetin, Bestimmung neben Rutin 456.

Radiokohlenstoff ^{14}C, Messung 127.

Ramanspektren organischer Verbindungen 116.

Redox-Titrationen, Katalyse und Induktion 419.

Reduktone (Euler u. Hasselquist) 463 [L].

Reduktor, Cadmiumamalgam 126.

Reduktorbürette 237; siehe auch Mikro-Reduktorbürette.

Reinaluminium, Bestimmung des Siliciumgehaltes 241.

Resorcin, colorimetrische Bestimmung 230; Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Retenchinon, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Retentionsanalyse 335.

Rhenium, Reaktionen 47.

Rivanol, Nachweis 288, 289.

Rohblei, Bestimmung des Bleigehaltes 145.

Roheisen, Chrombestimmung 70.

Rohöl, amperometrische Bestimmung von Chrom und Vanadium 72.

Rutin, Bestimmung in Tabletten 457; Bestimmung neben Quercetin 456.

Rutonal, Nachweis 292.

Saccharide, analytisches und chromatographisches Verhalten der Mono- und Oligosaccharide 252; Bestimmung nach ihrer papierchromatographischen Trennung 335.

Saccharose, analytische und chromatographische Untersuchung 253; Bestimmung im Honig 279; Nachweis reduzierender Zucker in Gegenwart von Saccharose 278.

Säuregrad, Bestimmung in Mehlen 282.

Säureviolett 4 Bl, Adsorptionsindicator für die Chlorbestimmung mit Silbernitrat 122.

Salicylaldehyd, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Salicylaldehyd-thiosemicarbazon, Reagens auf Cadmium 135.

Salpetersäure, Bestimmung in Aluminiumnitratlösungen 236.

Salzlaken, Bestimmung des Wassergehaltes 280.

Salzlösungen, Bestimmung der freien Säure 123.

Samarium, photometrische Bestimmung 141.

Samen, Bestimmung von Antipyrin in keimenden Samen 455.

Santonin, Nachweis und Bestimmung 456.

Sauerstoff, Bestimmung in Chrommetall 65; in der Luft 380; in Metalloxyden und sauerstoffhaltigen Metallsulfiden 159; in organischen Substanzen 369; in Wasser 389; Bestimmung kleiner Mengen in Wasser 151; Bestimmung in Wismutmetall 452; Bestimmung in Zink-, Molybdän-, Wolfram- und Nickeloxyd 159; Bestimmung in Zirkoniummetall 452.

Schädlingsbekämpfungsmittel, Nachweis von Gammexan neben DDT 32.

Schlacken, colorimetrische Kupferbestimmung 205.

Schmelzpunkt, Bestimmung 127.

Schmelzpunkt - Tabellen organischer Verbindungen (Utermark) 366 [L].

Schnellarbeitsstähle, Bestimmung der Hauptbestandteile 75; Bestimmung des Zinngehaltes 67.

Schnelldrehstahl, Bestimmung des Molybdängehaltes 74.

Schokolade, Bestimmung des Fett- und Zuckergehaltes 285.

Schwefel, Bestimmung mit Perchlorsäure 78; Bestimmung in Kohle 96; in organischen Verbindungen 372; in pflanzlichen und tierischen Substanzen 464; in Zinkblenden und organischen Substanzen 153.

Schwefeldioxyd, Bestimmung mit Fuchsin-Formaldehyd-Reagens 157; Bestimmung in der Atmosphäre 380; Bestimmung neben Schwefeltrioxyd in Austrittsgasen der Kontaktapparate 157.

Schwefelsäure, Bestimmung kleiner Mengen in der Luft 381.

Schweflige Säure, Nachweis in Nahrungsmitteln und Geweben 276.

Schwerspat, Analyse 235.

Scopolamin, Bestimmung als Reineckat 309.

Scopolaminhydrobromid, Bestimmung 397; potentiometrische Titration 309.

Seewasser, Bestimmung des Bromidgehaltes 164.

Selen, elektrolytische Bestimmung 150; Trennung von Tellur 100.

Selenat, gewichtsanalytische Bestimmung 150.

Selenreaktionsgemisch nach Wieninger 248.

Seltene Erden, Extraktion mit 5,7-Dichlor-8-Oxychinolin 142; photometrische Bestimmung 141.

Semen Strychni, Bestimmung des Strychnins 319.

Semicarbazone, Bestimmung 188.

Sennablätter, Untersuchung 458.

Serin, Bestimmung 337; Synthese von Cholin und Thymin 338; Wuchswirkung 338.

Serum, Bestimmung von Barbitursäurederivaten 466.

Sicheres Bauen durch einfache chemische Baustoffprüfpng 447 [L].

Silber, Bestimmung mit Thio-Michlers Keton 118; colorimetrische Bestimmung 208; elektrolytische Bestimmung 206; mikro-dokimastische Bestimmung 206; potentiometrische Bestimmung mit α-Nitroso-β-naphthol 208; potentiometrische Bestimmung in medizinischen Silberpräparaten 207.

Silicate, Bestimmung des Gesamteisengehaltes 156; des zweiwertigen Eisens 156.

Silicium, Bestimmung in Elektrolyt-Nickel 65; Bestimmung in nichtrostenden Stählen 76; Bestimmung in Schwerspat 236; Bestimmung in Siliciumbronzehärtnern 448; Bestimmung in Stahl 78; Bestimmung in Vanadium und Uran 453.

Siliciumbronzehärtner, Bestimmung von Silicium, Kupfer und Eisen 448.

Silicium-Mangan-Aluminium, Bestimmung des Mangans 46.

Silicium-Mangan-Chrom, Bestimmung des Mangans 46.

Silicomangan, Bestimmung des Mangans 46.

Solupyridin, Identifizierung 295.

Soluseptasin, Identifizierung 295.

Soluthiazol, Identifizierung 295.

Sonéryl, Nachweis 293.

Sorbit, Bestimmung in Wein 284.
Sulfanilamid, Nachweis 293.
Spartein, Bestimmung als Reineckat 309.
Speiseeis, Bestimmung des Fettgehaltes 281.
Speisewasser, Bestimmung der Sulfat-Ionen 392.
Sprengstoffe, Äthylalkoholbestimmung 223.
Stahl, amperometrische Bestimmung von Chrom und Vanadium 72; Bestimmung des Siliciums mit Perchlorsäure 78; Bestimmung des Vanadingehaltes 68, 69; Bestimmung des Zirkoniums 218; Chrombestimmung 70; Chrombestimmung mit Perchlorsäure 77; colorimetrische Molybdänbestimmung 75; Kupferbestimmung 66, 205; spektrophotometrische Bestimmung von Chrom und Mangan 73; siehe auch Hochtemperaturstähle; nichtrostende Stähle; Schnelldrehstahl.
Staßfurter Salze, Bestimmung des Bromgehaltes 168.
Staub, Bestimmung von Mikromengen an Blei, Kupfer und Zinn 382.
Stickstoff, Abänderung des Apparates nach Parnas-Wagner 371; Beschleunigung der Veraschung nach Kjeldahl 371; Bestimmung im Meerwasser 62; in organischen Verbindungen 370; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 370; einfache Mikro-Kjeldahl-Apparatur 371; Verluste beim Kjeldahl-Aufschluß mit Selenreaktionsgemisch nach Wieniger 248.
Stickstoffdioxyd, Bestimmung in der Luft 106.
Strychnin, Bestimmung als Reineckat 309; Bestimmung neben Brucin 319; Sublimationstemperatur 319.
Strychninhydrochlorid, potentiometrische Titration 309.
Strychninnitrat, Bestimmung 397.
Strontium, Fällung mit Dimethylsulfat als Strontiumsulfat 216; Bestimmung neben Calcium 215; Bestimmung in Mineralwässern 332; Bestimmung in Schwerspat 236.
Succinylsulfathiazol, Nachweis 293, 295.
Sulfacetamid, Identifizierung 295.
Sulfadiazin, Nachweis 293, 295.
Sulfadimidin, Identifizierung 295.
Sulfaguanidin, Identifizierung 295; maßanalytische Bestimmung 297.
Sulfamerazin, Nachweis 293, 295.
Sulfamethazin, Nachweis 293.
Sulfanilamid, Identifizierung 295; maßanalytische Bestimmung 297; potentiometrische Bestimmung 296.
Sulfapyridin, Identifizierung 295; maßanalytische Bestimmung 297.
Sulfat, Bestimmung als Bariumsulfat 153; jodometrische Bestimmung 96; Leitfähigkeitstitration mit Benzidinchloridlösung 149; siehe auch Benzidinsulfat.
Sulfat-Ion, maßanalytische Bestimmung 110.
Sulfathiazol, Identifizierung 295; maßanalytische Bestimmung 297.
Sulfazidin, maßanalytische Bestimmung 297.
Sulfhydrylgruppen, amperometrische Mikrobestimmung 464; Bestimmung in Gewebebrei 79.
Sulfoguanil, Nachweis 293.
Sulfonamide, Identifizierung 295; Nachweis neben Barbituraten und Purinen 293; potentiometrische Bestimmung 296.
Sylvin, Bestimmung des Bromgehaltes 169.

Tartrazin, reversibler Indicator für die Arsenittitration 122.
Tb 1/698, siehe Conteben.
Tellur, Bestimmung und Trennung von Selen 100; elektrolytische Bestimmung 150.
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung in der Luft 385.
2-Tetradecensäure, Bestimmung 226.
Tetramethylthiuramdisulfid, siehe Thiuram.
Tetraphenylarsoniumchlorid, Komplexe mit Metallen 100.
Thallium, Bestimmung in Zink- und Cadmiumlaugen 153; photometrische Bestimmung als Thallium(III)-oxinat 139.
2-Thenoyltrifluoraceton, siehe TTA.
Thenylenhydrochlorid, Bestimmung 395.

Theobromin, Nachweis 293; Bestimmung 311; Bestimmung in Kakaoprodukten 442.

Theophyllin, Nachweis 293; Bestimmung 311; Halbmikrobestimmung neben Theobromin und Coffein 312.

Theoretische Grundlagen der analytischen Chemie (Hägg) 361 [L].

Thermalquellen, Bestimmung des Bromgehaltes 172.

Thioacetamid als Fällungsreagens in der quantitativen Analyse 36.

Thiocyanat, bromometrische Bestimmung 124.

Thiole, Nachweis in Lebensmitteln und Geweben 276.

Thionaphthen, Bestimmung in Naphthalin 115.

Thiosulfat, bromometrische Bestimmung 124.

Thiuram, Nachweis in Gummimischungen 273.

Thorium, Bestimmung mit Ammoniumbenzoat 120; Trennung von den Ceriterden 146; Trennung von Zirkonium 220; Bestimmung in Mineralien und Gesteinen 120.

Threonin, Bestimmung 337; mikrobiologische Bestimmung 340; Beziehung zur Hefegärung 338; biologische Bedeutung 337; Wuchswirkung 338.

Thulium, photometrische Bestimmung 141.

Thymin, Bildung aus Serin 338.

Tierische Organe, Bestimmung des Bromgehaltes 171.

Tierische Substanzen, Schwefelbestimmung 464.

Titan, Bestimmung mit Ammoniumbenzoat 119; mit Perchlorsäure 78; potentiometrische Bestimmung neben Molybdän und Vanadin 145; Bestimmung in keramischen Materialien 157; in nichtrostenden Stählen 77; Nachweis in Gummimischungen 354.

Titanmetall, Bestimmung von Eisen und Mangan 64.

Titrationscoulometer mit Vanadium-(IV)-salzlösung 125.

Toluol, Bestimmung in Lösungsmittelgemischen und in der Luft 387.

Tomatenpürees, Analyse 284.

Tonerde, Bestimmung des Natriumgehaltes 154.

Torula-Hefen, Threoningehalt 348, 350.

Trehalose, analytische und chromatographische Untersuchung 253.

Triäthylenglykol, Bestimmung in der Luft 384.

Trichloräthylen, Bestimmung in der Luft 384.

Trimetaphosphat, Bestimmung neben Pyrophosphat 21.

Trimethylbenzylammoniumhydroxyd, siehe „Triton B".

Trinkwasser, Bestimmung des Bromgehaltes 171; Bestimmung des Ammoniaks 389.

Triphenylmethylarsoniumjodid, Reagens auf Cadmium 135.

Trisdinitrophenylgallussäure, Darstellung 187.

Trisdinitrophenylphloroglucin, Darstellung 187.

Trisdinitrophenylpyrogallol, Darstellung 187.

„Triton B" (Trimethylbenzylammoniumhydroxyd) als Reagens 51.

Trübungstitrationen 358.

Trypoflavin, Nachweis 288.

TTA, (2-Thenoyltrifluoraceton) Reagens zur Eisenbestimmung 49.

Türkischrotöl, Nachweis und Bestimmung 290.

Turanose, chromatographische Untersuchung 255.

Tyrosin, Abscheidung 183.

Uleron, Identifizierung 295.

Untersuchung von Fetten, Deutsche Einheitsmethoden 444 [L].

Untersuchung von Lebensmitteln und Bedarfsgegenständen (Vollhase-Thymian) 440 [L].

Uracil, colorimetrische Bestimmung 458.

Uran, photometrische Bestimmung 41; Bestimmung neben Phosphorsäure 44; Bestimmung in Mineralien und Gesteinen 120; in Monaziten 43; Bestimmung des Siliciumgehaltes 453; des Vanadiumgehaltes 40.

Uranylacetat, Rückgewinnung 132.

Urin, Bestimmung von Inulin 78; Nachweis von Pentosen 466.

Uronsäuren, Bestimmung 58.

Urotropin, Bestimmung in Arzneimittelgemischen 289.

Valin, Bestimmung 468.

Vanadat, Nachweis im qualitativen Analysengang 117; coulometrische Bestimmung 38; gravimetrische Bestimmung mit Acridin 40.

Vanadium, Nachweis mit Tüpfelreaktion 39; potentiometrische Bestimmung neben Titan 145; Bestimmung neben Uran 40; amperometrische Bestimmung in Stahl, Rohöl, Ölrückständen, Asphalt 72; Bestimmung in Stahl 68, 69, 71; Bestimmung in Schnellarbeitsstählen 75; Bestimmung von Calcium und Magnesium in Vanadiummetall 453; Bestimmung des Siliciumgehaltes 453.

Vanillin, Gehaltsbestimmung 299; Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Veronal, Nachweis 293.

Versene, Reagens auf Gold 208; zur Calcium- und Magnesium-Bestimmung 215; zur Härte- und Sulfatbestimmung in Wasser 392; zur Trennung des Berylliums von Aluminium 449.

Verteilungschromatographie, Trennung der Aminosäuren 335; Trennung der Zuckerarten 335.

Viscosität, Bestimmung 87.

Vitamin A, Bestimmung in Margarine 286.

Vitamin B_1, Bestimmung in der Milch 287; siehe auch Aneurin.

Vitamin D, spektrophotometrische Bestimmung 443.

Vitamin K_2, Bestimmung in Futtermitteln 287.

Vitaminbestimmungsmethoden (Gstirner) 440 [L].

Wasser, Bestimmung in Zuckerlösungen 280; in flüssigen zuckerhaltigen Lebensmitteln und Salzlaken 280; Bestimmung des Borgehaltes 61; des Chloridgehaltes 60, 393; des freien Chlors 391; des Deuteriumgehaltes 131; Härtebestimmung 215; Bestimmung der Härte nach dem Versenat-Verfahren 392; des Nitratgehaltes 59; Bestimmung organischer Fluorverbindungen 386; Bestimmung des gelösten Sauerstoffs 389; von Sauerstoffspuren 151; Calcium- und Magnesiumbestimmung mit Versene 215; colorimetrische Phosphatbestimmung 60; siehe auch Feuchtigkeit, Meerwasser, Mineralwasser, Trinkwasser, Abwasser.

Wasserstoff, Bestimmung in organischen Substanzen (Elementaranalyse) 367; Bestimmung des aktiven Wasserstoffs 130.

Wasserstoffionen-Konzentration, Bestimmung 120; siehe auch p_H-Bestimmung.

Wasserstoffperoxyd, Bestimmung neben Acetpersäure 6.

Weichblei, siehe Bleilegierungen.

Wein, Bestimmung des Äthylalkohols 223; Bestimmung von Sorbit 284; siehe auch Hefepreßwein und Hefewein.

Werkzeugstähle, Bestimmung des Zinngehaltes 67.

Wismut, Bestimmung mit Ammoniumbenzoat 120; Bestimmung mit photoelektrischer Tüpfelmethode 222; elektrolytische Bestimmung 222; photometrische Mikrobestimmung 137; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 450; Bestimmung in Bi-Sn- und Bi-Sn-Cd-Legierungen 63; Sauerstoffbestimmung in Wismutmetall 452.

Wismut-Legierungen, Bestimmung des Wismutgehaltes 63.

Wolfram, Bestimmung als Bleiwolframat 145; Bestimmung mit Perchlorsäure 78; Bestimmung in Hochtemperaturstählen 69; in Schnellarbeitsstählen 76.

Wolframat, gravimetrische Bestimmung mit Acridin 40.

Wolframoxyde, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 159.

Yohimbin, qualitative Reaktion 400.

Ytterbium, photometrische Bestimmung 141.

Zimtaldehyd, Bestimmung der Carbonylgruppe 190.

Zimtsäure, Bestimmung 225; Mohlersche Reaktion 231.

Zink, Nachweis mit Dithizon 134; spezifischer Nachweis als Ferrocyanid 133; Nachweis in Kobaltsalzen 158; Fällung mit Ammoniumoxalat 134; amperometrische Bestimmung 134; volumetrische Bestimmung 134, 356; Trennung von Aluminium 356; Bestimmung in Gummimischungen 356; in Legierungen 152; Bestimmung von

Oxydschichten auf Zinkfolien 152; Bestimmung von Bleispuren in Zink 152.

Zinkblende, Bestimmung des Schwefels 153.

Zinklaugen, Bestimmung von Thallium 153.

Zinklegierungen, siehe Zink.

Zinkmaterialien, Bestimmung von Bleispuren 152.

Zinkoxyd, Bestimmung in Zinkstaub 152; Sauerstoffbestimmung in Zinkoxyd 159; siehe auch Zink.

Zinkstaub, Bestimmung des Zinkoxydgehaltes 152.

Zinn, Bestimmung mit Ammoniumbenzoat 119; mit Thioacetamid 37; elektrolytische Bestimmung neben Antimon 222; photometrische Mikrobestimmung 137; Nachweis in Aluminiumlegierungen 449; Bestimmung von Mikromengen in Staub und in der Luft 382; Bestimmung in Kabelmantellegierungen 63; in Werkzeugstählen 67.

Zinnhaltige Legierungen, Kupferbestimmung 202.

Zirkonium, Bestimmung mit Ammoniumbenzoat 119; Bestimmung mit Mandelsäure in Stählen, Legierungen und Mineralien 218; Trennung von anderen Elementen mit Fumarsäure 219; Trennung von Thorium mit Tannin 220; Sauerstoffbestimmung in Zirkoniummetall 452.

Zirkon-Mineral, Analyse 219.

Zucker, Bestimmung 336; Bestimmung durch Papierchromatographie 255; Klärung mit Bleiessig bei gravimetrischen Bestimmungen 277; R_F-Werte 256; Nachweis und Bestimmung reduzierender Zucker 278; colorimetrische Analyse von Zuckergemischen 278; Trennung der Zuckerarten durch Verteilungschromatographie 335; Bestimmung in Futterpflanzen 59; Bestimmung in Schokolade 285; Bestimmung der Feuchtigkeit in weißem Zucker 280; Wasserbestimmung in Zuckerlösungen 280.